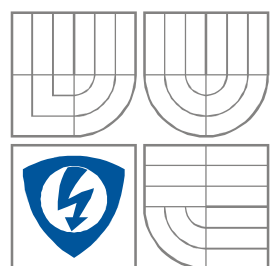




VYSOKÉ UČENÍ TECHNICKÉ V BRNĚ
BRNO UNIVERSITY OF TECHNOLOGY



**FAKULTA ELEKTROTECHNIKY A
KOMUNIKAČNÍCH
TECHNOLOGIÍ
ÚSTAV RADIOELEKTRONIKY**

**FACULTY OF ELECTRICAL ENGINEERING AND
COMMUNICATION
DEPARTMENT OF RADIO ELECTRONICS**

Návrh laboratorní úlohy pro ověření principu NMR

**PROPOSAL OF A LABORATORY WORKPLACE FOR VERIFYING THE NMR
PRINCIPLE**

BAKALÁŘSKÁ PRÁCE
BACHELOR'S THESIS

AUTOR PRÁCE
AUTHOR

Ondřej Kropáč

VEDOUCÍ PRÁCE
SUPERVISOR
BRNO, 2009

doc. Ing. Eva Gescheidtová, CSc.

LICENČNÍ SMLOUVA

POSKYTOVANÁ K VÝKONU PRÁVA UŽÍT ŠKOLNÍ DÍLO

uzavřená mezi smluvními stranami:

1. Pan/paní

Jméno a příjmení: Ondřej Kropáč
Bytem: Studenstká 686, Bohumín, 735 81
Narozen/a (datum a místo): 12. září 1987 ve Starém Bohumíně

(dále jen „autor“)

a

2. Vysoké učení technické v Brně

Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií
se sídlem Údolní 53, Brno, 602 00
jejímž jménem jedná na základě písemného pověření děkanem fakulty:
prof. Dr. Ing. Zbyněk Raida, předseda rady oboru Elektronika a sdělovací
technika
(dále jen „nabyvatel“)

Čl. 1

Specifikace školního díla

1. Předmětem této smlouvy je vysokoškolská kvalifikační práce (VŠKP):

- ☐ disertační práce
 - ☐ diplomová práce
 - ☐ bakalářská práce
 - ☐ jiná práce, jejíž druh je specifikován jako
- (dále jen VŠKP nebo dílo)

Název VŠKP: Návrh laboratorní úlohy pro ověření principu NMR

Vedoucí/ školitel VŠKP: doc. Ing. Eva Gescheidtová, CSc.

Ústav: Ústav teoretické a experimentální elektrotechniky

Datum obhajoby VŠKP: _____

VŠKP odevzdal autor nabyvateli*:

- ☐ v tištěné formě – počet exemplářů:
- ☐ v elektronické formě – počet exemplářů:

2. Autor prohlašuje, že vytvořil samostatnou vlastní tvůrčí činností dílo shora popsané a specifikované. Autor dále prohlašuje, že při zpracovávání díla se sám nedostal do rozporu s autorským zákonem a předpisy souvisejícími a že je dílo dílem původním.

3. Dílo je chráněno jako dílo dle autorského zákona v platném znění.

4. Autor potvrzuje, že listinná a elektronická verze díla je identická.

* hodící se zaškrtněte

Článek 2

Udělení licenčního oprávnění

1. Autor touto smlouvou poskytuje nabyvateli oprávnění (licenci) k výkonu práva uvedené dílo nevýdělečně užít, archivovat a zpřístupnit ke studijním, výukovým a výzkumným účelům včetně pořizování výpisů, opisů a rozmnoženin.
2. Licence je poskytována celosvětově, pro celou dobu trvání autorských a majetkových práv k dílu.
3. Autor souhlasí se zveřejněním díla v databázi přístupné v mezinárodní síti
 - ☐ ihned po uzavření této smlouvy
 - ☐ 1 rok po uzavření této smlouvy
 - ☐ 3 roky po uzavření této smlouvy
 - ☐ 5 let po uzavření této smlouvy
 - ☐ 10 let po uzavření této smlouvy(z důvodu utajení v něm obsažených informací)
4. Nevýdělečné zveřejňování díla nabyvatelem v souladu s ustanovením § 47b zákona č. 111/1998 Sb., v platném znění, nevyžaduje licenci a nabyvatel je k němu povinen a oprávněn ze zákona.

Článek 3

Závěrečná ustanovení

1. Smlouva je sepsána ve třech vyhotoveních s platností originálu, přičemž po jednom vyhotovení obdrží autor a nabyvatel, další vyhotovení je vloženo do VŠKP.
2. Vztahy mezi smluvními stranami vzniklé a neupravené touto smlouvou se řídí autorským zákonem, občanským zákoníkem, vysokoškolským zákonem, zákonem o archivnictví, v platném znění a popř. dalšími právními předpisy.
3. Licenční smlouva byla uzavřena na základě svobodné a pravé vůle smluvních stran, s plným porozuměním jejímu textu i důsledkům, nikoliv v tísní a za nápadně nevýhodných podmínek.
4. Licenční smlouva nabývá platnosti a účinnosti dnem jejího podpisu oběma smluvními stranami.
5. V Brně dne: 5. června 2009

.....
Nabyvatel

.....
Autor

ABSTRAKT:

Bakalářská práce se zabývá návrhem laboratorní úlohy, která má ověřit základní principy nukleární magnetické rezonance. V teoretické části projektu jsou shrnuty základní poznatky o nukleární magnetické rezonanci (NMR) a popsán postup, jímž se vyhodnocují výsledky získané z NMR signálu. Návrhová část je zaměřena na sestavení blokového schématu NMR spektrometru, návrh rezonančního obvodu a NMR sond. V praktické části je specifikován technologický postup výroby NMR sond a jejich následné nastavení. V experimentální části jsou vyhodnoceny výsledky srovnání navrhovaných sond.

Abstract:

This project deals with the design of a laboratory workplace for verifying the basic principles of nuclear magnetic resonance. In the theoretical part of the project a basic knowledge of nuclear magnetic resonance are summarized, and the process of evaluation the results obtained from NMR signal is described. The proposed part of work is aimed at a design of a NMR spectrometer block diagram and a proposal of a resonant circuit and NMR probes. In the practical part the technologic process of the probes production and their settings are specified. The results of the designed probes comparison are in the last, measuring, part.

Klíčová slova:

Nukleární magnetická rezonance, princip NMR, MR signál, rezonanční obvod.

Key words:

Nuclear magnetic resonance, principle of NMR, MR signal, resonance circuit.

Bibliografická citace:

KROPÁČ, O. Návrh laboratorní úlohy pro ověření principu NMR. Brno: Vysoké učení technické v Brně, Fakulta elektrotechniky a komunikačních technologií, 2009. 53 s. Vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Eva Gescheidtová, CSc.

Prohlášení

Prohlašuji, že svoji bakalářskou práci na téma Návrh laboratorní úlohy pro ověření principu NMR jsem vypracoval samostatně pod vedením vedoucího bakalářské práce a s použitím odborné literatury a dalších informačních zdrojů, které jsou všechny citovány v práci a uvedeny v seznamu literatury na konci práce.

Jako autor uvedené bakalářské práce dále prohlašuji, že v souvislosti s vytvořením tohoto projektu jsem neporušil autorská práva třetích osob, zejména jsem nezasáhl nedovoleným způsobem do cizích autorských práv osobnostních a jsem si plně vědom následků porušení ustanovení § 11 a následujících autorského zákona č. 121/2000 Sb., včetně možných trestněprávních důsledků vyplývajících z ustanovení § 152 trestního zákona č. 140/1961 Sb.

V Brně dne 18. května 2009

.....
podpis autora

Poděkování

Děkuji vedoucí bakalářské práce doc. Ing. Evě Gescheidtové, CSc., za účinnou metodickou, pedagogickou a odbornou pomoc a další cenné rady při zpracování mé bakalářské práce. Také bych chtěl poděkovat panu Ing. V. Húskovi a panu Ing. T. Jirků, kteří mi pomohli s problémy, na něž jsem během návrhu přístrojových částí narazil.

V Brně dne 18. května 2009

.....
podpis autora

Obsah

Seznam použitých symbolů a zkratek

1. Teoretická část

1.1 Úvod do problematiky	str.6
1.2 Makroskopický popis jevu NMR	str.8
1.3 pulzní řešení Blochových rovnic.....	str.10

2. Koncepční část

2.1 Návrh NMR spektrometru.....	str.14
2.2 Návrh rezonančního obvodu	str.16
2.3 Návrh NMR sondy 52.....	str.19
2.4 Návrh NMR sondy 20.....	str.23
2.5 Vizualizace permanentního magnetu.....	str.27

3. Praktická část

3.1 Konstrukce NMR sond.....	str.28
3.2 Měření NMR sond	str.32
3.3 Měření příjmu NMR signálu	str.43

4. Závěr

str.50

5. Seznam obrazové dokumentace

6. Seznam použité literatury

Seznam použitých symbolů a zkratek:

B	magnetická indukce
\mathbf{B}	vektor magnetické indukce
\mathbf{B}_{ef}	efektivní pole
C	kapacita kondenzátoru
γ	gyromagnetický poměr
e	elektrický náboj
f	frekvence
g	jaderný g-faktor
L	vlastní indukčnost cívky
Q	jakost cívky/obvodu
\mathbf{M}	vektor jaderné magnetizace
M_t	příčná složka magnetizace
m_p	hmotnost protonu
N	počet závitů
S/N	poměr signál/šum
T_1	podélná relaxační doba (spin-mřížková relaxační doba)
T_2	příčná relaxační doba (spin-spinová relaxační doba)
h	Planckova konstanta
Φ	magnetický indukční tok
$\boldsymbol{\omega}$	vektor úhlové rychlosti
τ	doba trvání RF impulsu
μ	magnetický moment
μ_N	jaderný magneton
μ_1	jaderný magnetický moment
ω	úhlová rychlost
NMR	nukleární magnetická rezonance
FID	signál volné precese
rf	radiofrekvenční

1. Teoretická část

1.1 Úvod do problematiky NMR

Pod pojmem nukleární magnetická rezonance (dále NMR) rozumíme rezonanční chování kvantových objektů s magnetickým momentem ve vnějším magnetickém poli.

Jedná se o atomová jádra s magnetickým momentem, která jsou přítomna ve zkoumané látce. Jádra, která mají magnetický moment, mají většinou liché hmotnostní číslo. Výjimkou jsou čtyři izotopy (jádra) se sudým hmotnostním číslem, které ovšem mají počet protonů a neutronů lichý. Jsou to deuterium ^2D , Lithium ^6Li , bor ^{10}B , dusík ^{14}N . Jako nejvhodnější jádro pro experimenty NMR se jeví jádro izotopu vodíku ^1H . Je to jediný proton, jehož spinové číslo $I = \frac{1}{2}$.

Každý elektron nese záporný elektrický náboj a zároveň má moment hybnosti (spin) I . Je také zdrojem magnetického pole, které je určeno magnetickým momentem μ . Magnetický moment je mírou účinků elektronové proudové smyčky. Abychom jej odlišili od orbitálního magnetického momentu, nazýváme jej spinový magnetický moment. Jádra se spinem větším než $\frac{1}{2}$ mají kromě magnetického momentu také elektrický kvadrupólový moment. Interakce mezi elektrickým kvadrupólovým momentem a elektromagnetickým polem v místě jádra může jev NMR výrazně ovlivnit.

Důležitým vztahem pro zkoumání vlastností experimentálního jádra je vztah mezi magnetickým momentem použitého isotopu μ a celkovým momentem hybnosti jádra I . Zavedeme jaderný magneton μ_N , který je analogický s Bohrovým magnetonem μ_B , pro vztah:

$$\mu_N = \frac{e\hbar}{2m_p}, \quad (1.1.1)$$

kde m_p je hmotnost protonu, e je náboj elektronu a \hbar je Planckova konstanta. Použitím jaderného magnetonu můžeme zjednodušit celkovou rovnici mezi magnetickým momentem a celkovým momentem hybnosti, která má pak tvar:

$$\mu = \frac{g\mu_N}{\hbar} \cdot I. \quad (1.1.2)$$

Bezrozměrný koeficient úměrnosti g , který charakterizuje použitý izotop, je nazýván jaderným g -faktorem. I je moment hybnosti jádra [1]. V některých případech je možno zapsat vztah (1.1.2) ve tvaru:

$$\mu = \gamma \cdot I. \quad (1.1.3)$$

Koeficient γ je opět konstanta použitého isotopu a nazývá se gyromagnetickým poměrem.

Podle pravidel kvantování momentu hybnosti je maximální hodnota průměru magnetického momentu do osy kvantování (např. osa x):

$$\mu_z = \gamma \cdot \hbar \cdot I, \quad (1.1.4)$$

kde I je maximální dosažitelná hodnota magnetického kvantového čísla jaderného spinu ($m_I = I, I-1, \dots, -I$). Tato složka magnetického momentu se nazývá jaderným magnetickým momentem (μ_I) a použijeme-li vztah (1.1.2), pak ji můžeme vyjádřit v násobcích jaderného magnetonu:

$$\mu_I = g \cdot \mu_N \cdot I. \quad (1.1.5)$$

Pokud jádro s magnetickým momentem umístíme do homogenního statického magnetického pole o indukci B_0 , začne magnetický moment vykonávat tzv. Larmorovu precesi, rotační pohyb kolem směru magnetického pole s úhlovou rychlostí ω_0 :

$$\omega_0 = \gamma \cdot B_0. \quad (1.1.6)$$

Pokud je magnetické pole orientováno v laboratorní souřadné soustavě ve směru osy z tak, že $\mathbf{B}_0 = (0, 0, B_0)$, zachová se z -ová složka a zbylé dvě složky vykonávají v rovině kolmé k poli B_0 harmonické kmity. Tyto kmity jsou vykonávány s frekvencí $f_0 = \omega_0/2\pi$, posunuty ve fázi o $\pi/2$, potom příčná složka magnetického momentu vykonává precesní pohyb s úhlovou rychlostí ω_0 [2]. Pokud dodržíme tyto podmínky tak můžeme v okolí frekvence f_0 pozorovat jev magnetické rezonance.

Ze vztahu (1.1.6) je patrné, že rezonanční frekvence je úměrná použitému externímu magnetickému poli. Toto externí magnetické pole je v látkovém prostředí doplňováno spolupůsobením jádra s elektronovým obalem vlastního atomu, popřípadě ještě interakcí magnetických momentů okolních atomů a jejich jader. Rezananční frekvence je tedy určena lokální hodnotou indukce statického magnetického pole. Lokální hodnota indukce statického pole je ovlivňována elektronovou strukturou atomu a vazbami s jeho okolím a ostatními atomy. V případě, že jádro má také nenulový kvadrupólový moment, tj. že spinové číslo isotopu I je větší než $1/2$, může také rezonanční frekvenci výrazně ovlivnit lokální elektrické pole. Vlivu vnějšího elektrického pole se lze vyvarovat použitím isotop vodíku ^1H . Jádro tohoto prvku má nulový kvadrupólový moment.

Pokud pro experiment používáme paramagnetické a diamagnetické látky, má elektronové okolí atomového jádra na frekvenci magnetické rezonance minimální vliv. Z tohoto důvodu není oblast rezonančních frekvencí pro dané jádro s rozdílným okolím příliš široká [2]. Abychom dosáhli co možná nejvyšší rozlišovací schopnosti a citlivosti spektrometrů NMR, je zapotřebí abychom pracovali s co nejvyšší hodnotou základní frekvence f_0 . Tato základní frekvence je dána vztahem (1.1.6) a indukcí B_0 .

1.2 Makroskopický popis NMR

Při rozboru principu magnetické rezonance je třeba vzít v úvahu, že rezonující částice nejsou izolované, ale ve vzorku interagují mezi sebou i se svým okolím. Chování soustavy všech předpokládaných jaderných magnetických momentů lze makroskopicky popsat pomocí vektoru magnetizace \mathbf{M} , který je určen vektorovým součtem jaderných a magnetických momentů μ obsažených v objemové jednotce vzorku. V nulovém vnějším magnetickém poli jsou orientace momentů μ náhodně rozděleny, proto i magnetizace \mathbf{M} bude nulová. Ve statickém magnetickém poli je však energie E jednotlivých momentů:

$$E = -\mu \cdot \mathbf{B}, \quad (1.2.1)$$

a závisí na jejich orientaci vůči magnetickému poli. Při Boltzmannově rovnovážném rozdělení orientací momentů dle jejich energií vzniká ve směru vektoru vnějšího magnetického pole \mathbf{B}_0 nenulová magnetizace \mathbf{M} . Ustálení rovnováhy není okamžité, složka magnetizace do směru pole (M_z) se ke své rovnovážné poloze M_0 blíží postupně exponenciální závislostí na čase t po zapnutí externího pole:

$$M_0 - M_z = M_0 \cdot \exp\left(-\frac{t}{T_1}\right), \quad (1.2.2)$$

kde konstanta T_1 je podélná relaxační doba. Při ustavování rovnováhy se kromě hodnoty M_z mění i energie spinového systému (1.2.1), který si vyměňuje energii s jinými stupni volnosti, spojenými s translačními nebo rotačními pohyby molekul látky. Souhrn všech stupňů volnosti se nazývá „mřížkou“, proto hovoříme o spin-mřížkové interakci a konstanta T_1 se nazývá spin-mřížková relaxační doba i v případě nekystalických látek, kapalin či plynů.

Pokud po ustavení rovnovážné magnetizace otočíme magnetické pole ze směru \mathbf{B}_0 do směru \mathbf{B}_0' , vytvoříme novou počáteční podélnou a příčnou složku magnetizace vzhledem k poli \mathbf{B}_0' . Podélná složka M_z' se blíží ke své maximální rovnovážné hodnotě podle vztahu (1.2.2), rotující příčná složka M_t' postupně klesá a blíží se ke své rovnovážné hodnotě, tj. k nule [3]. Tento pokles lze vysvětlit jako důsledek dvou procesů, jednak stáčení jednotlivých magnetických momentů k novému směru magnetického pole a jednak rozdílné úhlové rychlosti precese jednotlivých dipólových momentů. Rozdílné úhlové rychlosti precese jednotlivých momentů mohou existovat i v případě dokonale homogenního externího pole \mathbf{B}_0 jako důsledek lokální proměnnosti stacionární složky spektrální hustoty korelační funkce podélných složek fluktuujících lokálních magnetických polí. Kolmé složky magnetických momentů, které mají zpočátku všechny stejný směr, vytvoří díky různé úhlové rychlosti precese postupem času „vějíř“ s osou ve směru pole \mathbf{B}_0' , což opět vede k zániku příčné složky magnetizace.

Její výsledný pokles lze (v některých případech přesně, v ostatních alespoň kvalitativně) popsat exponenciální časovou závislostí:

$$M_t = M_{t_0} \cdot \exp\left(-\frac{t}{T_2}\right), \quad (1.2.3)$$

s časovou konstantou T_2 , která se nazývá příčnou neboli spin-spinovou relaxační dobou.

Její název má zdůraznit adiabatický charakter druhého z výše uvedených procesů, zániku příčných složek magnetizace. Tento proces může vést k zániku těchto složek, aniž by došlo ke změně energie spinů ve vnějším statickém poli (1.2.1), která na příčné složce nezávisí. Při změně M_t pak nedochází k interakci s mřížkou, za proces jsou zodpovědné pouze interakce spin-spinové uvnitř systému. Rozdílná úhlová rychlost precese momentů, způsobená nehomogenitou lokálního magnetického pole, je v pevných látkách dominantním procesem spin-spinové relaxace, proto platí $T_2 \ll T_1$. V izotropních kapalinách však může dojít k situaci, kdy $T_2 \approx T_1$.

V NMR experimentech se standardně generuje magnetické pole složené ze dvou členů $\mathbf{B} = \mathbf{B}_0 + \mathbf{B}_1$, kde je $\mathbf{B}_0 \equiv (0, 0, B_0)$ stacionární pole a pole \mathbf{B}_1 je časově proměnné (radiofrekvenční) pole v rovině x, y . Toto pole je většinou lineárně polarizované, produkované radiofrekvenční cívkou, např. $\mathbf{B}_1 \equiv (2B_1 \cos(\omega t), 0, 0)$, přičemž $B_0 > B_1$. Za této situace je pro experiment NMR významná kruhově polarizovaná složka pole \mathbf{B}_1 : $\mathbf{B}_1 \equiv (B_1 \cos(\omega t), B_1 \sin(\omega t), 0)$ se smyslem rotace podle základní Larmontovy precese kolem pole \mathbf{B}_0 [3].

S využitím relaxačních vztahů (1.2.2) a (1.2.3), 2. impulzové věty a vztahu (1.1.4) lze pro jednotlivé spiny sestavit pohybové rovnice jaderné magnetizace v externím magnetickém poli \mathbf{B} , tzv. Blochovy rovnice:

$$\begin{aligned} \frac{d}{dt} M_{x,y} &= \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B})_{x,y} - \frac{M_{x,y}}{T_2}, \\ \frac{d}{dt} M_z &= \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B})_z - \frac{M_z - M_0}{T_1}. \end{aligned} \quad (1.2.4)$$

Platnost Blochových rovnic je principiálně omezena platností přiblížení, ve kterém je možno pohyb jednotlivých spinů posuzovat jako nezávislý a jejich pohybové rovnice lze proto pouze vektorově sečíst. Požadavek nezávislosti pohybu spinů konkuruje potřebě spin-spinových a spin-mřížkových interakcí, které mohou zajistit platnost relaxačních členů (1.2.2) a (1.2.3). I přes omezenou platnost jsou Blochovy rovnice v řadě případů vhodným přiblížením (např. v kapalných a málo viskózních látkách) a jejich řešení poskytuje velmi názorný pohled na jevy NMR. V pevných látkách je pro popis jevu nutné zvolit komplikovanější postup s využitím kvantové mechaniky.

Při řešení rovnic (1.2.4) je nejvhodnější přejít do rotující souřadné soustavy $(x', y', z' \equiv z)$, která se vůči soustavě laboratorní otáčí okolo osy x úhlovou rychlostí ω tak, že vektor \mathbf{B}_1 má např. stále směr osy x' . Je známo, že časová změna libovolného vektoru \mathbf{A} v laboratorní soustavě $d\mathbf{A}/dt$ a v soustavě rotující $(d\mathbf{A}/dt)_r$ spolu souvisí:

$$\frac{d\mathbf{A}}{dt} = \left(\frac{d\mathbf{A}}{dt} \right)_r + (\omega \times \mathbf{A}), \quad (1.2.5)$$

kde ω je vektor úhlové rychlosti rotující souřadné soustavy a rovnice lze přepsat do tvaru:

$$\begin{aligned} \frac{d}{dt} M_{x,y} &= \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B}_{\text{ef}})_{x,y} - \frac{M_{x,y}}{T_2}, \\ \frac{d}{dt} M_z &= \gamma(\mathbf{M} \times \mathbf{B}_{\text{ef}})_z - \frac{M_z - M_0}{T_1}, \end{aligned} \quad (1.2.6)$$

kde vektor \mathbf{B}_{ef} je tzv. efektivní pole, jehož složky v rotující soustavě jsou

$$\mathbf{B}_{\text{ef}} = \left(B_1, 0, B_0 - \frac{\omega}{\gamma} \right). \quad (1.2.7)$$

V rotující soustavě jsou tedy změny magnetizace dány relaxačními procesy a účinkem efektivního pole, které ovšem není funkcí času, na rozdíl od laboratorních soustav. Výsledky experimentu lze proto interpretovat jak ve stacionárním, tak i pulzním režimu.

1.3 Pulzní řešení Blochových Rovnic

Experiment NMR se rozlišuje podle doby trvání budicího radiofrekvenčního pole B_1 vzhledem k délce relaxačních dob T_1 a T_2 . Je-li doba působení excitačního pole podstatně delší než relaxační doby, pak hovoříme o stacionárním (kontinuálním) experimentu NMR. V opačném případě požadujeme, aby doba trvání radiofrekvenčního (rf) impulzu τ byla podstatně kratší, než jsou relaxační charakteristiky spinového systému, tehdy hovoříme o experimentu pulzním [3].

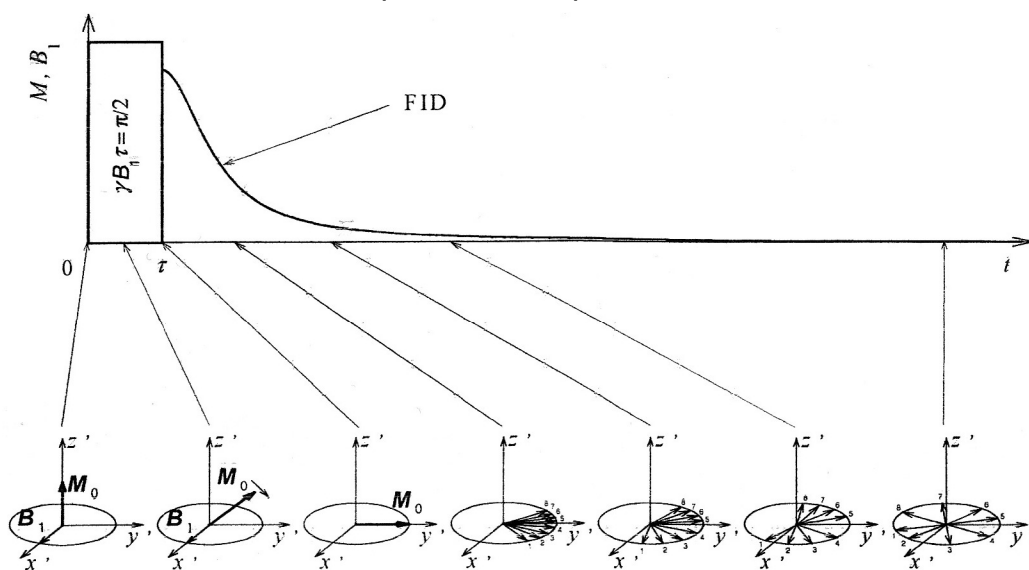
Pulzní řešení Blochových rovnic (1.2.6) je možno za výše uvedených předpokladů provést ve dvou časových oblastech, kdy se rovnice výrazně zjednoduší. V první oblasti, v době trvání rf impulzu, lze zanedbat relaxační členy, protože rf impulz je tak krátký, že po dobu jeho trvání se relaxace neprojeví.

Důsledkem tohoto zjednodušení (viz (1.2.4)) je prosté otáčení magnetizace kolem směru efektivního magnetického pole \mathbf{B}_{ef} . Magnetizace se vychýlí ze směru pole \mathbf{B}_0 (osa z), v němž se nacházela v původně rovnovážném stavu. Vzniklá příčná složka magnetizace v rotujícím souřadném systému \mathbf{M}_t vytváří v cívce se vzorkem proměnný indukční tok, který je detekován jako signál magnetické rezonance. Pokud je splněna podmínka $B_0 \gg B_1$, vytváří se významnější příčná složka pouze v případě, že v efektivním magnetickém poli (1.2.7) z -ová složka $(B_0 - \omega/\gamma) \approx 0$. Z toho vyplývá dle (1.1.6) rezonanční charakter jevu: $\omega \approx \gamma B_0 = \omega_0$ [2].

V případě, že platí přesně $\omega = \omega_0$, probíhá otáčení magnetizace v rovině (y', z) s úhlovou rychlostí $\omega_1 \approx \gamma B_1$ kolem směru pole B_1 (osy x'). Po dobu trvání rf impulsu τ se magnetizace stočí o úhel $\varphi = \omega_1 \tau$ a příčná složka magnetizace má poté velikost:

$$M_{t0} = M_0 \cdot \sin(\varphi) = M_0 \cdot \sin(\gamma B_1 \tau). \quad (1.3.1)$$

Nastavíme-li velikost indukce pole B_1 a dobu trvání τ tak, aby úhel otočení $\varphi = \pi/2$, je příčná složka magnetizace po skončení impulsu maximální a lze hovořit o $\pi/2$ -impulzu. Takto lze nastavit i π -impulz, $3\pi/2$ -impulz, atd.

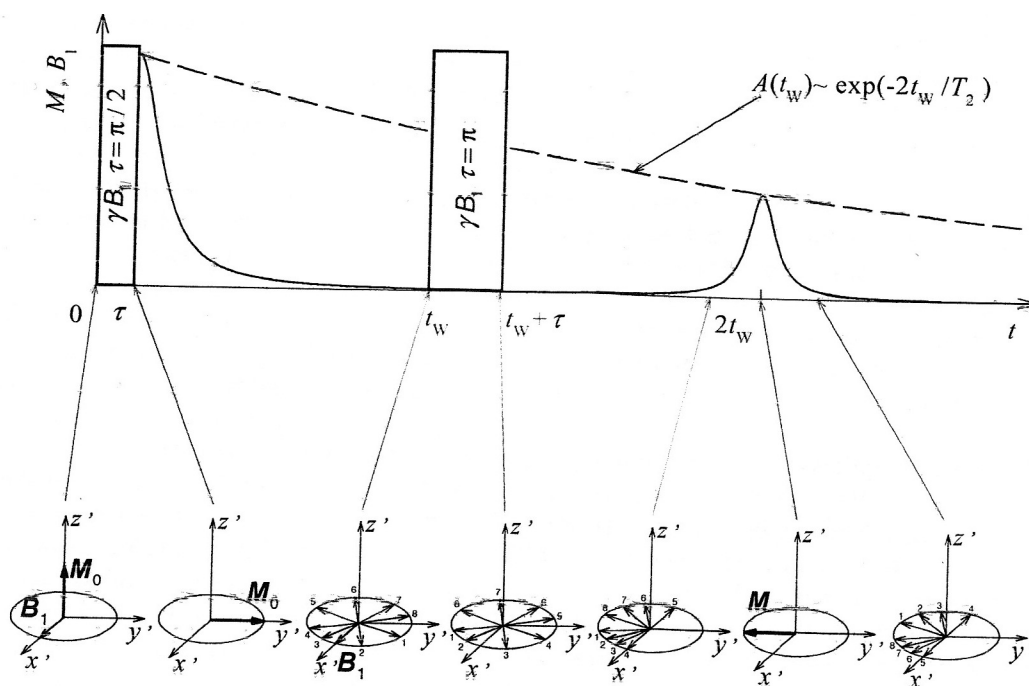


Obr. 1.3.1

Po skončení rf impulsu je v rovnicích (1.2.6): $B_1 = 0$. V rotujícím souřadném systému ($\omega = \omega_0$) relaxuje příčná složka jaderné magnetizace exponenciálně podle rovnice (1.2.3) s počáteční hodnotou (1.3.1). Pokud existuje dodatečná nehomogenita pole B_0 , způsobená buď stacionárními interakcemi daného jaderného spinu s jeho nejbližším okolím, nebo nehomogenitou externího pole (rozdělení Larmových frekvencí, spektrum NMR), může být pokles příčné složky magnetizace na rozdíl od vztahu (1.2.3) podstatně urychlen.

Významné jsou pouze případy, kdy je dodatečné rozdělení Larmontových frekvencí dominantním mechanismem. Po skončení budicího impulsu časová závislost, získaná z tzv. signálu volné precese (FID = free induction decay-viz obr. 1.3.1) indukovaného jako radiofrekvenční napětí ve snímací cívce spektrometru, již není obecně exponenciální, ale je Fourierovým obrazem spektra NMR. Metoda nalezení spektra NMR je díky pulzní metodice velmi jednoduchá, lze ji provést detekcí a následným početním zpracováním principiálně jediného signálu FID. Pro dosažení optimální úrovně signálu FID je vhodné zvolit buzení $\pi/2$ -impulzem, případně impulzem o délce a úrovni odpovídající otočení o $(2k+1)\pi/2$. Při buzení π -impulzem je signál FID nulový, což lze využít pro přesnou kalibraci délek impulsů, protože nalezení okamžiku průchodu nulou při nastaveném úhlu otočení π je přesnější než nastavení s úhlem otočení $\pi/2$.

Pokud po odeznění signálu FID po $\pi/2$ -impulzu aplikujeme v čase t_w π -impulz, dojde v čase $2t_w$ k opětovné koherenci, vzniku signálu spinového echa.



Obr.1.3.2

Signál FID po úvodním $\pi/2$ -impulzu zaniká v důsledku toho, že některé spiny mají z důvodu dodatečné nehomogenity statického pole lokální rezonanční frekvenci vyšší než frekvence rotujícího souřadného systému (rychlejší spiny) a jiné naopak frekvenci nižší (pomalejší spiny). V systému vzniká „rozfázování“ vedoucí k zániku výsledné příčné složky magnetizace, přestože jednotlivé příčné komponenty magnetických momentů stále existují (obr. 1.3.1). Použitím π -impulzu dojde k přetočení roviny (x' , y') na sebe samu tak, že se obrátí momentální pořadí spinů – nejrychlejší se dostanou dozadu, nejpomalejší dopředu. Proto po uplynutí stejného časového intervalu t_w , tj. v čase $t = 2t_w$ se fáze precese jednotlivých spinů opět shodují. Právě v okolí tohoto okamžiku lze pozorovat signál spinového echa (obr. 1.3.2). Časový průběh signálu spinového echa odpovídá v náběhové i klesající části časovému průběhu signálu volné precese. Maximální úroveň je však nižší, protože stále probíhá relaxace podle vztahu (1.2.3), bez ohledu na průběh signálu FID, což poskytuje možnost měření relaxační doby T_2 , protože pro signál spinového echa a jeho amplitudu platí:

$$A(t_w) \approx \exp\left(-\frac{2t_w}{T_2}\right). \quad (1.3.2)$$

2. Koncepční část

Laboratorní výuka předmětu Měření v elektrotechnice (BMVA) je potřebná k tomu, aby se studenti seznámili se základními měřicími metodami používanými v technické praxi. Rychlý rozvoj měřicí techniky a vyhodnocovacích postupů by se měl odrážet v laboratorní výuce tak, aby se studenti mohli seznámit s moderními měřicími přístroji, metodami a postupy.

V této části bakalářské práce si kladu za úkol vytvořit návrh laboratorní úlohy, na níž si studenti budou moci ověřit princip NMR. Podle zadání jsem se měl seznámit s principem NMR nejen z teoretického pohledu, ale i přístrojového vybavení.

V konceptní části jsem se zaměřil na výpočet parametrů sondy, která bude umístěna ve statickém magnetickém poli B_0 , konstrukci této sondy a návrh blokového schématu laboratorní úlohy.

2.1 Návrh NMR spektrometru

Navržené blokové schéma měřicího zařízení (Spektrometru NMR) je zobrazeno na obr. 2.1.1. Jako zdroj magnetického pole B_0 bude použit permanentní magnet, jehož intenzita magnetického pole okolo geometrického středu štěrby by se měla pohybovat okolo hodnoty:

$$B_0 = 0,42 \text{ T.} \quad (2.1.1)$$

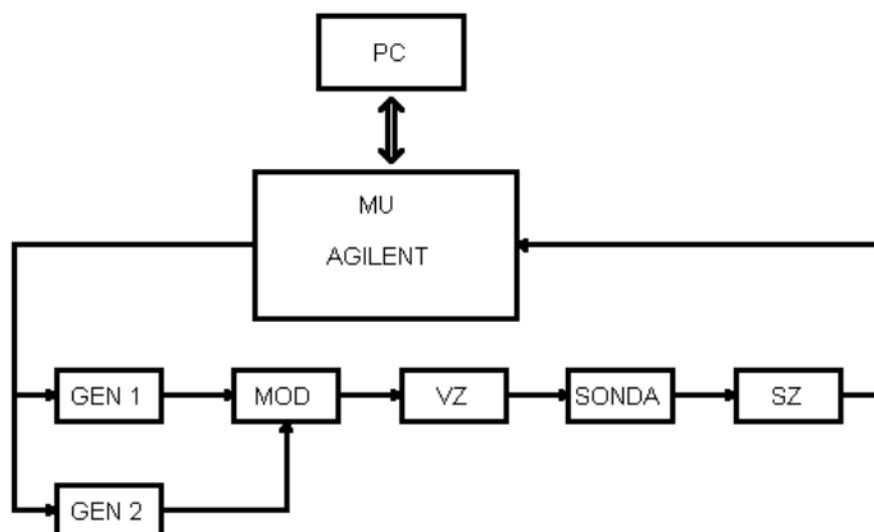
Intenzitě tohoto magnetického pole odpovídá podle vztahu (1.6) frekvence 20 MHz.

Popis blokového schématu NMR spektrometru:

Zdrojem rf budicího pole je pulzní generátor GEN1 (např. Agilent 33250A), jehož obdélníkové impulzy jsou modulovány na frekvenci f_1 . Délka rf impulzů a jejich časový odstup jsou dány TTL pulzy produkovanými pulzním generátorem GEN 2 (např. AGILENT 33220A). Rf impulzy jsou dále zesíleny ve výkonovém vysokofrekvenčním zesilovači VZ s předpokládaným maximálním výkonem 100 W. Výstupní impedance výkonového stupně by měla odpovídat hodnotě 50 Ω . Po zesílení jsou rf impulzy přivedeny na vstupní svorky sondy, která je umístěna v magnetickém poli permanentního magnetu.

Získaný NMR signál ze sondy je přiveden na nízkošumový širokopásmový předzesilovač SZ, jenž nemusí mít, vzhledem k dalším úpravám NMR signálu, příliš velký zisk. Za tímto širokopásmovým předzesilovačem následuje měřicí ústředna AGILENT 34970A.

Blokové schéma NMR spektrometru



Obr. 2.1.1

Nejdůležitější částí NMR spektrometru je vysílací/snímací sonda. Aby můj návrh nebyl jenom čistě teoretický, rozhodl jsem se vlastní sondu po teoretickém návrhu také zkonstruovat. Protože permanentní magnet na Ústavu teoretické elektroniky a elektrotechniky v době konstrukce sondy ještě nebyl zkonstruován, bylo nutné zkoušet sondu na Ústavu přístrojové techniky (UPT), pod vedením Ing. Vladimíra Húška. Z tohoto důvodu bylo nutno navrhovat dvě sondy. První sonda je navrhována pro parametry experimentálního měřicího zařízení na UPT, na němž byla později testována. Druhá sonda je navrhována pro parametry laboratorní úlohy pro UTEE.

2.2 Návrh rezonančního obvodu

Vycházíme-li z teoretických předpokladů pro pulzní řešení Blochových rovnic, pak v případě, že platí přesně $\omega = \omega_0$, magnetizace se v rovině (y', z') otáčí kolem směru pole B_1 (osy x') s úhlovou rychlostí $\omega_1 \approx \gamma B_1$. Po dobu trvání rf impulsu se magnetizace stočí o úhel $\varphi = \omega_1 \tau$ a příčná složka magnetizace má poté velikost podle vztahu (1.3.1). Nastavíme-li velikost pole B_1 a dobu trvání τ tak, aby úhel otočení $\varphi = \pi/2$, je příčná složka magnetizace po skončení impulsu maximální a lze hovořit o $\pi/2$ -impulzu [4].

Praktickou aplikací těchto poznatků a použitím vztahu (1.1.6) lze vyvodit vztah mezi úhlem otočení a velikostí magnetického pole B_1 .

$$\varphi = \gamma \cdot B_1 \cdot \tau. \quad (2.2.1)$$

Abychom mohli spočítat vlastní indukčnost cívky, musíme znát počet závitů N , poloměr r a délku cívky l . Pak můžeme vlastní indukčnost cívky počítat podle vztahu:

$$L = \frac{N^2 \cdot \pi \cdot r^2 \mu}{l}, \quad (2.2.2)$$

kde μ je magnetická permeabilita ($1,257 \cdot 10^{-6}$) [6]. Pokud známe magnetický indukční tok Φ a proud tekoucí cívkou, můžeme také vlastní indukčnost cívky počítat podle vzorce:

$$L = N \cdot \frac{\Phi}{I}. \quad (2.2.3)$$

Magnetický indukční tok, který protéká cívkou, je přímo úměrný součinu magnetické indukce B a průřezu cívky S . V našem případě tedy:

$$\Phi = B \cdot S. \quad (2.2.4)$$

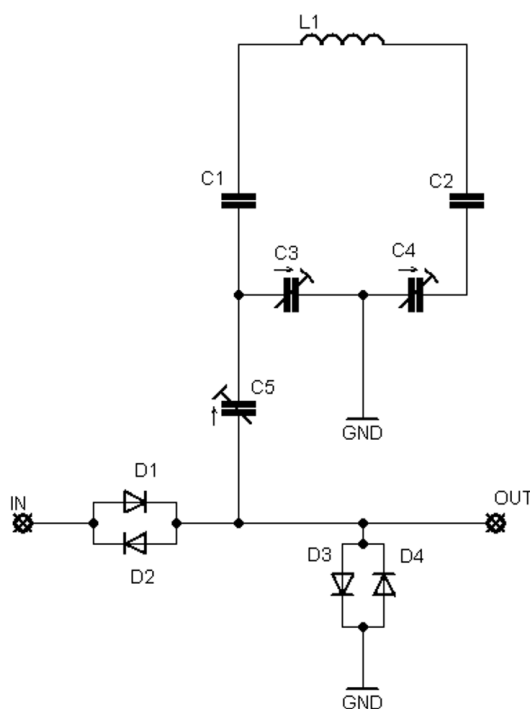
Průřez S je možno vyjádřit vztahem:

$$S = \pi \cdot r^2. \quad (2.2.5)$$

Rezonanční frekvence, která je potřebná pro výpočet kondenzátoru, je dána Thompsonovým vztahem [6]:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L \cdot C}}. \quad (2.2.6)$$

V blokovém schématu blok sonda obsahuje kromě samotného rezonančního obvodu rovněž vstupní a výstupní ochranné obvody proti rušivým impulzům. Principiální schéma zapojení rezonančního obvodu a ochranných prvků je na obr. 2.2.1. Principiální schéma rezonančního obvodu:



Obr.2.2.1

Jako vstupní ochranný obvod chci použít antiparalelně (back to back) dvě diody D_1 a D_2 (1N4148) zapojené do série mezi zesilovačem a rezonančním obvodem. V době excitace rf impulzů, u nichž předpokládáme hodnotu > 1 V, mají diody zanedbatelnou impedanci a jejich přítomnost signál příliš neovlivní. Ovšem v době příjmu signálu, kdy jsou napěťové úrovně předpokládány $\ll 1$ V, je přítomnost diod důležitá. Pro šum a parazitní signály nízké úrovně, jejichž zdrojem může být generátor nebo výkonový zesilovač, představují vysokou impedanci. Diody jsou zapojeny v sérii s vlastním rezonančním obvodem a pro tato malá nechtěná parazitní napětí působí jako vhodný dělič napětí. Zároveň v době, kdy je nízkourovňový NMR signál vysílán dále ke zpracování, sériové zapojení diod „odepíná“ od rezonančního obvodu nevhodnou nízkou výstupní impedanci výkonového zesilovače (50 Ω).

Pro výstupní ochranný obvod je použito stejné zapojení „back to back“ diod D_3 a D_4 (1N4148), ovšem paralelně vůči sondě a přijímací části NMR spektrometru. Tyto diody mají za úkol odpojit přijímací část spektrometru v době působení rf impulzů. Zároveň jejich vysoká impedance, by na něj neměla mít vliv ve chvíli, kdy je přijímán NMR signál.

V závislosti na tom, jaký bude použit výkonový vysokofrekvenční zesilovač, je nutné také výkonově přizpůsobit vstupní a výstupní ochranné diody, protože v případě jejich průrazu je zde riziko poškození přijímacích obvodů, popř. rezonančního obvodu.

Samotný rezonanční obvod je tvořen cívkou L_1 a dvěma kondenzátory o stejné kapacitě, C_1 a C_2 . Laditelné kondenzátory C_3 a C_4 mají malou kapacitu, řádově v pF. Tvoří kapacitní dělič a jsou určeny k jemnému doladění rezonanční frekvence. Laditelný kondenzátor C_5 , s kapacitou rovněž v řádu pF, určuje šířku rezonanční křivky. Celou tuto část obvodu je z konstrukčních důvodů nutné vložit do štěrbiny permanentního magnetu, protože pouhé připojení vedením, byť přizpůsobeným, by celý obvod zatížilo nežádoucí impedancí. Úsek vedení mezi rezonanční sondou a paralelně zapojenými back to back diodami musí mít délku $\lambda/4$ z důvodu impedančního přizpůsobení rezonančního obvodu a navazujících měřicích a vyhodnocovacích obvodů.

V důsledku toho, že permanentní magnet nebyl k dispozici v době, kdy jsem řešil konstrukční záležitosti sondy, které se bez praktických zkoušek neobešly, jsem byl donucen navrhnout a odzkoušet sondu pro 20 MHz (dále jen sonda 20) a sondu pro 52,375 MHz (dále jen sonda 52).

Sondu 52, na které jsem pracoval u pana Ing. Húska, jsem musel otestovat na experimentálním měřicím zařízení na Ústavu přístrojové techniky (UPT) v Brně. Tuto sondu jsem navrhl, zkonstruoval, provedl naladění frekvence a poté porovnal se sondou, kterou má k dispozici pro svá vlastní měření Ústav přístrojové techniky. Sondu 20, která je určena pro Ústav teoretické a experimentální elektrotechniky (UTEE), jsem pouze navrhnul, zkonstruoval, provedl naladění a základní měření stability frekvence. Otestovat její primární funkci, tj. vysílání rf pulzů a příjem NMR signálu, jsem bohužel nemohl provést z důvodů popsaných výše.

2.3 Návrh NMR sondy 52

Průměr pracovní kruhové štěrby magnetu, kde působí magnetické pole, je 200 mm. Do rozměrů této štěrby je potřeba vložit celou sondu. Vysílací/snímací cívka je navinuta na kostře vyrobené z teflonu (viz obrazová příloha č. 1). Délka cívky je 10 mm, průměr cívky je 20 mm. Dobu trvání rf impulsu jsem zvolil $\tau = 1$ ms.

Výpočet intenzity magnetického pole B_1 :

$$\frac{\pi}{2} = \gamma \cdot B_1 \cdot \tau \Rightarrow B_1 = \frac{\pi}{2 \cdot \gamma \cdot \tau} = \frac{3,14}{2 \cdot 598095238 \cdot 1 \cdot 10^{-3}} = 2,63 \text{ } \mu\text{T}. \quad (2.2.1)$$

Výpočet průřezu cívky a její vlastní indukčnost:

$$r = 10 \text{ mm},$$

$$l = 10 \text{ mm},$$

$$N = 3,$$

$$S = \pi \cdot r^2 = 3,14 \cdot (10 \cdot 10^{-3})^2 = 3,14 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2, \quad (2.2.5)$$

$$L = \frac{N^2 \cdot \mu \cdot S}{l} = \frac{3^2 \cdot 1,257 \cdot 10^{-6} \cdot 3,14 \cdot 10^{-4}}{10 \cdot 10^{-3}} = 0,18 \text{ } \mu\text{H}. \quad (2.2.2)$$

Výpočet magnetického indukčního toku v cívce:

$$\Phi = B \cdot S = 2,63 \cdot 10^{-6} \cdot 3,14 \cdot 10^{-4} = 8,258 \cdot 10^{-10} \text{ Wb}. \quad (2.2.4)$$

Proud procházející cívkou, potřebný k vytvoření magnetického pole B_1 :

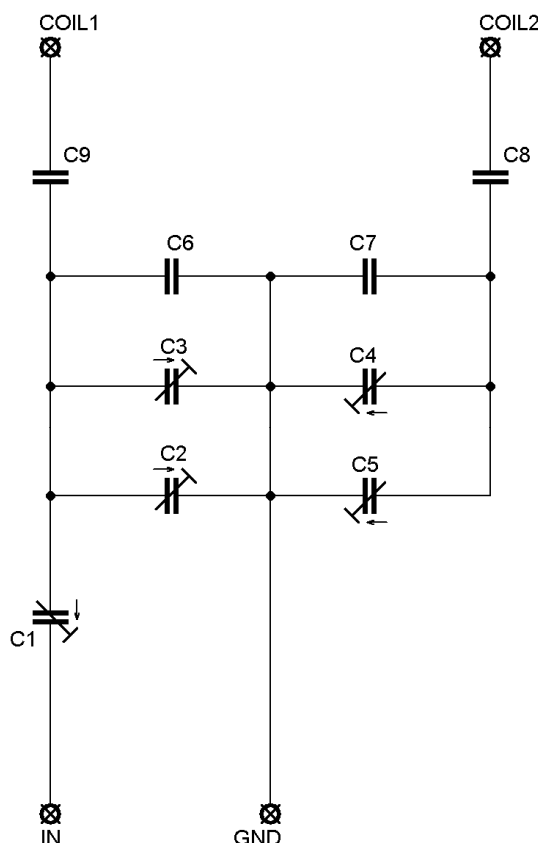
$$L = \frac{N \cdot \Phi}{I} \Rightarrow I = \frac{N \cdot \Phi}{L} = \frac{3 \cdot 8,258 \cdot 10^{-10}}{0,18 \cdot 10^{-6}} = 13,8 \text{ mA}. \quad (2.2.3)$$

Frekvence, na které má obvod rezonovat, je 52,375 MHz a je podmíněna jádrem protonů sodíku Na^+ , na kterých měla být sonda odzkoušena. Pro tento kmitočet je potřebná kapacita:

$$f = \frac{1}{2 \cdot \pi \cdot \sqrt{L \cdot C}} \Rightarrow C = \frac{1}{4 \cdot \pi^2 \cdot f^2 \cdot L} = \frac{1}{4 \cdot 3,14^2 \cdot (52,375 \cdot 10^6)^2 \cdot 0,18 \cdot 10^{-6}} = 52 \text{ pF}. \quad (2.2.6)$$

Pro další výpočty jsem uvažoval výslednou kapacitu $C = 50$ pF.

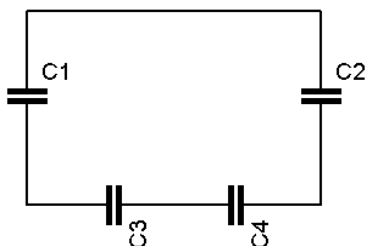
Abychom mohli tuto frekvenci doladit přesně na použitý vzorek, je zapotřebí použít laditelné kondenzátory. Při návrhu jsem uvažoval určitou rozladitelnost v rozmezí 50-54 MHz. Na obr. 2.3.1 je schéma zapojení sondy 52. Svrky COIL1 a COIL2 slouží k připojení vysílací/snímací cívky a svorky IN a GND slouží k připojení vstupních a výstupních oddělovacích diod. Kompletní schéma doplněné hodnotami použitých jednotlivých prvků je zobrazeno v obrazové příloze č. 2.



Obr.2.3.1. Schéma zapojení pro sondu 52

Výpočet kapacitního děliče

Pro samotný výpočet kapacitního děliče jsem považoval kapacitu mezi závity cívky za nulovou a laditelný trimr C_1 za odpojený. Vycházíme-li z těchto předpokladů, pak kapacitní dělič vypadá jako na obrázku 2.3.2.

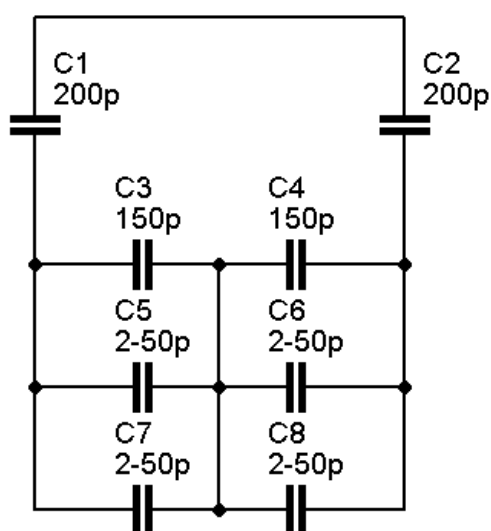


Obr. 2.3.2

Aby rezonanční obvod mohl pracovat na frekvenci 52,375 MHz, při vypočtené indukčnosti cívky $L = 0,18 \mu\text{H}$, je zapotřebí, aby celý kapacitní dělič měl kapacitu $C = 50 \text{ pF}$.

Z těchto zadaných parametrů a za předpokladu, že jsou kapacity kondenzátorů shodné ($C_1 = C_2 = C_3 = C_4 = C$), lze vypočítat kapacity jednotlivých kondenzátorů:

$$\frac{1}{C_c} = \frac{4}{C} \Rightarrow C = 4 \cdot C_c = 4 \cdot 50 \cdot 10^{-12} = 200 \text{ pF.} \quad (2.2.7)$$



Známe-li kapacitu dílčích kondenzátorů, můžeme vypočítat i kapacity kondenzátorů potřebné pro rozladitelnost. Kapacitní dělič můžeme počítat podle obrázku 2.3.3. Kondenzátory C5, C6, C7 a C8 jsou laditelné trimry s proměnnou kapacitou 2 – 50 pF. V praxi obvod funguje tak, že pokud nastavíme na trimrech jejich plnou kapacitu, frekvence rezonančního obvodu se sníží na minimální hodnotu. Naopak pokud kapacitu trimrů snížíme na minimum, pak naladíme nejvyšší možnou frekvenci.

Obr. 2.3.3

Výpočet rozladitelnosti rezonančního obvodu

Pracovní frekvence je 52,375 MHz, z toho vyplývá, že pro tuto frekvenci jsou kapacitní trimry nastaveny ve středové poloze, čemuž odpovídá kapacita 25 pF.

$$C_{357} = C_3 + C_5 + C_7 = 150 + 25 + 25 = 200 \text{ pF,}$$

$$C_{468} = C_4 + C_6 + C_8 = 150 + 25 + 25 = 200 \text{ pF,}$$

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_{357}} + \frac{1}{C_{468}} = \frac{4}{200 \cdot 10^{-12}} \Rightarrow C = 50 \text{ pF.}$$

Výpočet střední frekvence podle vztahu 2.2.6:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L \cdot C}} = \frac{1}{2\pi\sqrt{0,18 \cdot 10^{-6} \cdot 50 \cdot 10^{-12}}} = 53,1 \text{ MHz.}$$

Pro dosažení minimální hodnoty frekvence nastavíme na kapacitních trimrech jejich plnou kapacitu $C = 50$ pF. Výsledná kapacita a hodnota kmitočtu pak je:

$$C_{357} = C_3 + C_5 + C_7 = 150 + 50 + 50 = 250 \text{ pF},$$

$$C_{468} = C_4 + C_6 + C_8 = 150 + 50 + 50 = 250 \text{ pF},$$

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_{357}} + \frac{1}{C_{468}} = \frac{2}{200 \cdot 10^{-12}} + \frac{2}{250 \cdot 10^{-12}} \Rightarrow C = 55,5 \text{ pF}.$$

Výpočet střední frekvence podle vztahu 2.2.6:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L \cdot C}} = \frac{1}{2\pi\sqrt{0,18 \cdot 10^{-6} \cdot 55,5 \cdot 10^{-12}}} = 50,38 \text{ MHz}.$$

Pro dosažení maximální hodnoty frekvence nastavíme na kapacitních trimrech jejich minimální kapacitu $C = 2$ pF. Výsledná kapacita a hodnota kmitočtu pak je:

$$C_{357} = C_3 + C_5 + C_7 = 150 + 2 + 2 = 154 \text{ pF},$$

$$C_{468} = C_4 + C_6 + C_8 = 150 + 2 + 2 = 154 \text{ pF},$$

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_{357}} + \frac{1}{C_{468}} = \frac{2}{200 \cdot 10^{-12}} + \frac{2}{154 \cdot 10^{-12}} \Rightarrow C = 43,5 \text{ pF}.$$

Výpočet střední frekvence podle vztahu 2.2.6:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L \cdot C}} = \frac{1}{2\pi\sqrt{0,18 \cdot 10^{-6} \cdot 43,5 \cdot 10^{-12}}} = 56,9 \text{ MHz}.$$

Z těchto výpočtů je patrné, že teoretická rozladitelnost rezonančního obvodu pro sondu 52 je v rozmezí 50,4 MHz až 56,9 MHz.

2.4 Návrh NMR sondy 20

Tato sonda je určena pro UTEE. Z tohoto důvodu se liší v některých detailech od sondy 52. Nejdůležitější změnou je již výše popsaná změna kmitočtu, na kterém má pracovat rezonanční obvod. Ten má pracovat na frekvenci 20 MHz, což odpovídá magnetickému poli uvažovaného magnetu (2.1.1). Do snímací štěrby tohoto magnetu se ovšem tentokrát nebude vkládat celá sonda, ale pouze vysílací/snímací cívka navinutá na kostře z teflonu (viz obrazová příloha č. 3). Délka cívky je 30 mm, průměr cívky je 20 mm. Doba trvání rf impulsu byla rovněž volena $\tau = 1$ ms.

Výpočet intenzity magnetického pole B_1 :

$$\frac{\pi}{2} = \gamma \cdot B_1 \cdot \tau \Rightarrow B_1 = \frac{\pi}{2 \cdot \gamma \cdot \tau} = \frac{3,14}{2 \cdot 598095238 \cdot 1 \cdot 10^{-3}} = 2,63 \text{ } \mu\text{T}. \quad (2.2.1)$$

Výpočet průřezu cívky a její vlastní indukčnost:

$$r = 10 \text{ mm},$$

$$l = 30 \text{ mm},$$

$$N = 7,$$

$$S = \pi \cdot r^2 = 3,14 \cdot (10 \cdot 10^{-3})^2 = 3,14 \cdot 10^{-4} \text{ m}^2, \quad (2.2.5)$$

$$L = \frac{N^2 \cdot \mu \cdot S}{l} = \frac{7^2 \cdot 1,257 \cdot 10^{-6} \cdot 3,14 \cdot 10^{-4}}{30 \cdot 10^{-3}} = 0,65 \text{ } \mu\text{H}. \quad (2.2.2)$$

Výpočet magnetického indukčního toku v cívce:

$$\Phi = B \cdot S = 2,63 \cdot 10^{-6} \cdot 3,14 \cdot 10^{-4} = 8,258 \cdot 10^{-10} \text{ Wb}. \quad (2.2.4)$$

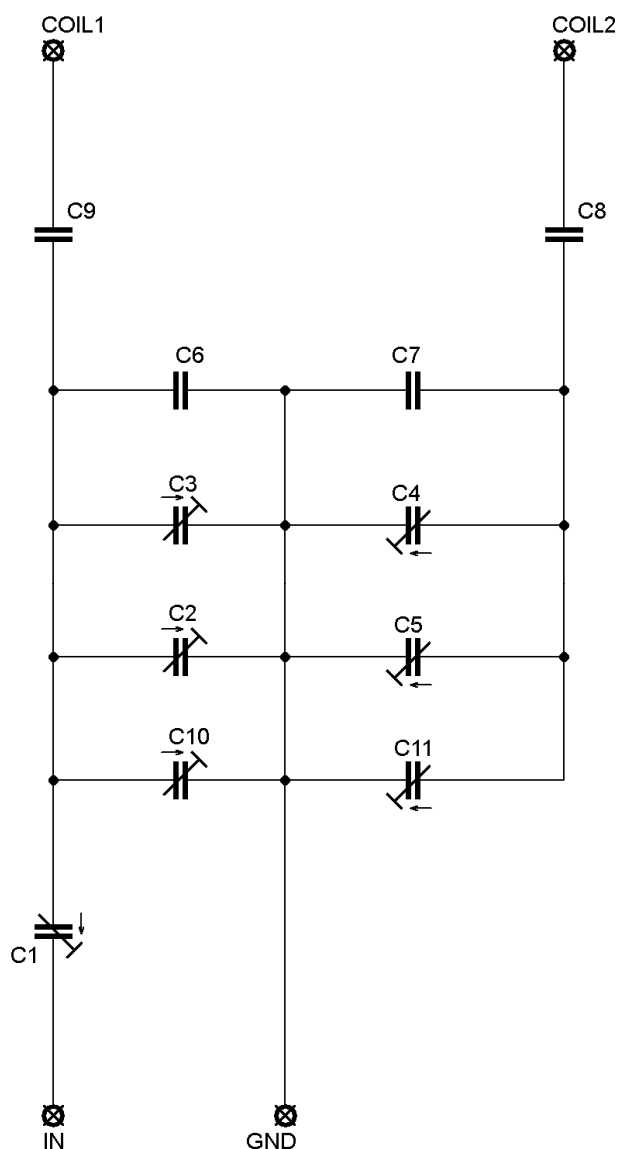
Proud procházející cívkou, potřebný k vytvoření magnetického pole B_1 :

$$L = \frac{N \cdot \Phi}{I} \Rightarrow I = \frac{N \cdot \Phi}{L} = \frac{7 \cdot 8,258 \cdot 10^{-10}}{0,65 \cdot 10^{-6}} = 8,9 \text{ mA}. \quad (2.2.3)$$

Frekvence, na které má obvod rezonovat, je 20 MHz. Pro tento kmitočet je potřebná kapacita:

$$f = \frac{1}{2 \cdot \pi \cdot \sqrt{L \cdot C}} \Rightarrow C = \frac{1}{4 \cdot \pi^2 \cdot f^2 \cdot L} = \frac{1}{4 \cdot 3,14^2 \cdot (20 \cdot 10^6)^2 \cdot 0,65 \cdot 10^{-6}} = 98,3 \text{ pF}. \quad (2.2.6)$$

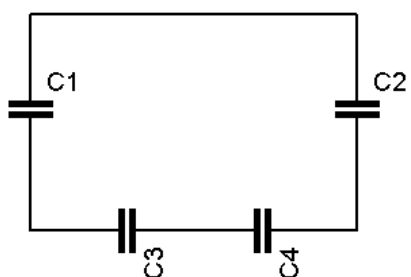
Pro další výpočty uvažuji celkovou kapacitu $C = 100 \text{ pF}$. Rovněž u tohoto rezonančního obvodu je požadována určitá rozladitelnost obvodu, která je jako u předchozí sondy zajištěna laditelnými kondenzátory. U sondy 20 jsem ovšem musel použít o dva kapacitní trimry více. Tyto prvky navíc jsou zde přidány z důvodu zajištění potřebné šířky kmitočtové rozladitelnosti. Na obr. 2.4.1 je schéma zapojení sondy 20. I zde svorky COIL1 a COIL2 slouží k připojení vysílací/snímací cívky a svorky IN a GND slouží k připojení vstupních a výstupních oddělovacích diod. Kompletní schéma sondy s hodnotami prvků, jež byly použity, jsou v příloze č. 4.



Obr.2.4.1. Schéma zapojení pro sondu 20

Výpočet kapacitního děliče

Pro samotný výpočet kapacitního děliče jsem i u tohoto obvodu považoval kapacitu mezi závitů cívky za nulovou a laditelný trimr C_1 za odpojený. Vycházíme-li z těchto předpokladů, pak kapacitní dělič vypadá jako na obrázku 2.4.2.

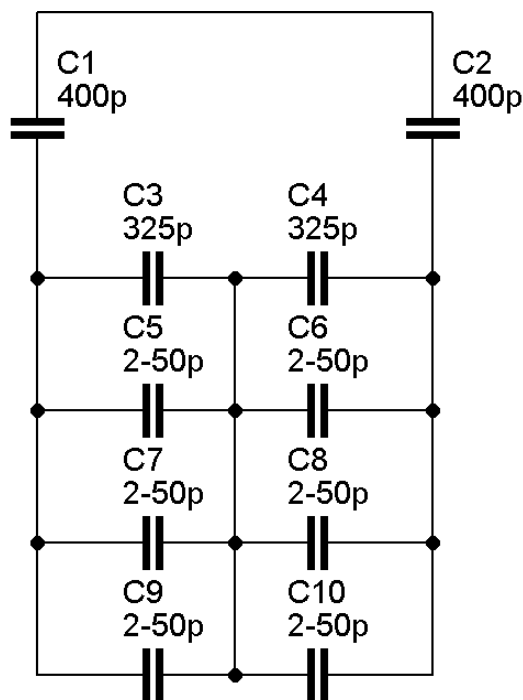


Aby rezonanční obvod pracoval na frekvenci 20 MHz, při vypočtené indukčnosti cívky $L = 0,65 \mu\text{H}$, je zapotřebí, aby celý kapacitní dělič měl kapacitu $C = 100 \text{ pF}$.

Obr. 2.4.2.

Z těchto zadaných parametrů a za předpokladu, že hodnoty jednotlivých kondenzátorů jsou shodné ($C_1 = C_2 = C_3 = C_4 = C$), lze vypočítat hodnotu jednotlivých kondenzátorů:

$$\frac{1}{C_C} = \frac{4}{C} \Rightarrow C = 4 \cdot C_C = 4 \cdot 100 \cdot 10^{-12} = 400 \text{ pF}.$$



Známe-li kapacitu dílčích kondenzátorů, můžeme vypočítat i kapacity kondenzátorů potřebné pro rozladitelnost. Kapacitní dělič můžeme počítat podle obrázku 2.4.3. Kondenzátory C5, C6, C7, C8, C9 a C10 jsou laditelné trimry s proměnnou kapacitou 2-50 pF. I zde obvod funguje tak, že pokud nastavíme na trimrech jejich plnou kapacitu, pak se frekvence rezonančního obvodu sníží na minimální hodnotu. Naopak pokud kapacitu trimrů snížíme na minimum, pak naladíme nejvyšší možnou frekvenci.

Obr. 2.4.3

Výpočet rozladitelnosti rezonančního obvodu

Pracovní frekvence je 20 MHz, z toho vyplývá, že pro tuto frekvenci jsou kapacitní trimry nastaveny ve středové poloze, čemuž odpovídá kapacita 25 pF.

$$C_{3579} = C_3 + C_5 + C_7 + C_9 = 325 + 25 + 25 + 25 = 400 \text{ pF},$$

$$C_{46810} = C_4 + C_6 + C_8 + C_{10} = 325 + 25 + 25 + 25 = 400 \text{ pF},$$

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_{3579}} + \frac{1}{C_{46810}} = \frac{4}{400 \cdot 10^{-12}} \Rightarrow C = 100 \text{ pF},$$

Výpočet střední frekvence podle vztahu 2.2.6:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L \cdot C}} = \frac{1}{2\pi\sqrt{0,65 \cdot 10^{-6} \cdot 100 \cdot 10^{-12}}} = 19,8 \text{ MHz}.$$

Pro dosažení minimální hodnoty frekvence nastavíme na kapacitních trimrech jejich plnou kapacitu $C = 50$ pF. Výsledná kapacita a hodnota kmitočtu pak je:

$$C_{3579} = C_3 + C_5 + C_7 + C_9 = 325 + 50 + 50 + 50 = 475 \text{ pF},$$

$$C_{46810} = C_4 + C_6 + C_8 + C_{10} = 325 + 50 + 50 + 50 = 475 \text{ pF},$$

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_{3579}} + \frac{1}{C_{46810}} = \frac{2}{400 \cdot 10^{-12}} + \frac{2}{475 \cdot 10^{-12}} \Rightarrow C = 108,6 \text{ pF}.$$

Výpočet střední frekvence podle vztahu 2.2.6:

$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L \cdot C}} = \frac{1}{2\pi\sqrt{0,65 \cdot 10^{-6} \cdot 108,6 \cdot 10^{-12}}} = 18,9 \text{ MHz}.$$

Pro dosažení maximální hodnoty frekvence nastavíme na kapacitních trimrech jejich minimální kapacitu $C = 2$ pF. Výsledná kapacita a hodnota kmitočtu pak je:

$$C_{3579} = C_3 + C_5 + C_7 + C_9 = 325 + 2 + 2 + 2 = 331 \text{ pF},$$

$$C_{46810} = C_4 + C_6 + C_8 + C_{10} = 325 + 2 + 2 + 2 = 331 \text{ pF},$$

$$\frac{1}{C} = \frac{1}{C_1} + \frac{1}{C_2} + \frac{1}{C_{357}} + \frac{1}{C_{468}} = \frac{2}{400 \cdot 10^{-12}} + \frac{2}{331 \cdot 10^{-12}} \Rightarrow C = 90,6 \text{ pF}.$$

Výpočet střední frekvence podle vztahu 2.2.6:

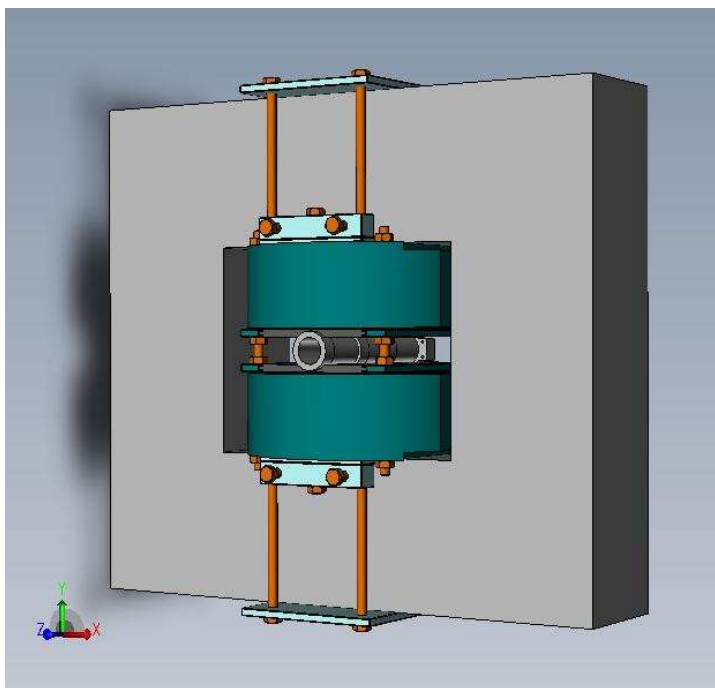
$$f = \frac{1}{2\pi\sqrt{L \cdot C}} = \frac{1}{2\pi\sqrt{0,65 \cdot 10^{-6} \cdot 90,6 \cdot 10^{-12}}} = 20,8 \text{ MHz}.$$

Z těchto výpočtů je patrné, že teoretická rozladitelnost rezonančního obvodu pro sondu 20 je v rozmezí 18,9 MHz až 20,8 MHz.

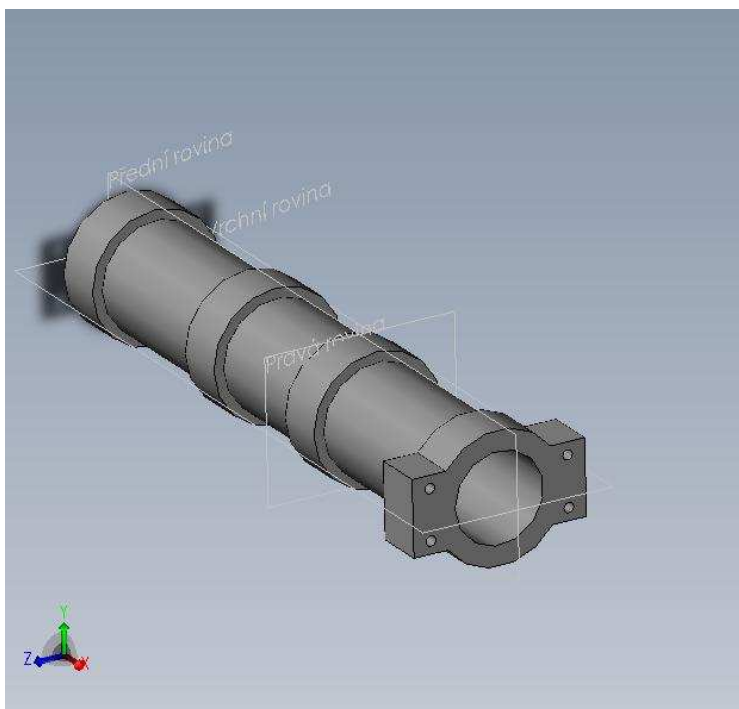
V koncepční části mé bakalářské práce jsem navrhl dvě sondy určené pro NMR spektrometr. Sonda s označením 52 byla navržena pro vyzkoušení na experimentálním měřicím zařízení Ústavu přístrojové techniky. Poznatky získané z návrhu této sondy jsem dále uplatnil při návrhu sondy s označením 20, která je určena pro měřicí laboratorní úlohu na Ústavu teoretické a experimentální elektrotechniky.

2.5 Vizualizace permanentního magnetu

Pomocí programu Solidworks nakreslil pan Ing. Jirků 3D výkres, který zobrazuje celý permanentní magnet, jež bude použit v laboratorní úloze. Na obr. 2.5.1 je vidět celý blok permanentního magnetu včetně úchyťů kostry cívky. Uprostřed magnetu je vidět válcová kostra, na níž bude navinuta cívka ze sondy 20. Na obr. 2.5.2 je zobrazen 3D pohled na kostru cívky pro sondu 20. Technický výkres kostry cívky je uveden v příloze č. 3.



Obr. 2.5.1 Permanentní magnet



Obr. 2.5.2 Válcová kostra

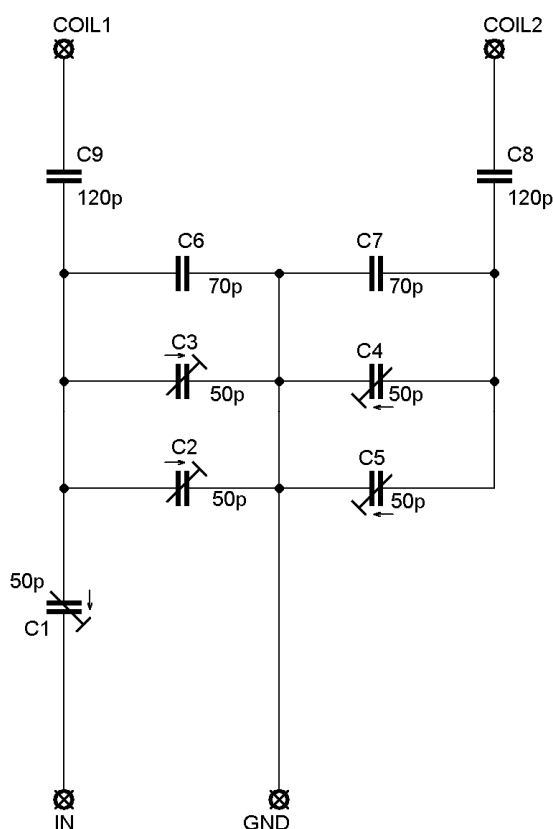
3. Praktická část

V této části mé bakalářské práce jsem se věnoval konstrukci obou NMR sond a posléze jejich nastavením a měřením. Měření a nastavení obou NMR sond bylo provedeno na Ústavu přístrojové techniky ve vývojové laboratoři pod vedením pana Ing. Húska. Dále jsem porovnal sondu 52 se sondou, která je k dispozici na Ústavu přístrojové techniky, a uskutečnil s oběma sondami měření protonových jader sodíku. Toto měření bylo provedeno na experimentálním pracovišti pro řešení problematiky generace a měření gradientů magnetického pole.

3.1 Konstrukce NMR sond

Z vypočtených hodnot jednotlivých prvků NMR sondy v bodě 2, jsem v kreslicím prostředí EAGLE navrhnul schéma rezonančního obvodu a desku s plošnými spoji.

Konstrukční schéma sondy 52:



Plošky COIL1 a COIL2 slouží k naletování vysílací/přijímací cívky. Na plošky IN a GND se připojí souosý kabel s konektorem BNC. Laditelný kondenzátor C1 slouží k nastavení šířky rezonanční křivky. Laditelné kondenzátory C2, C3, C4 a C5 slouží k přesnému naladění rezonanční frekvence a k jejímu případnému přeladění. Kondenzátory C6, C7, C8 a C9 tvoří společně s cívkou samotný rezonanční obvod. Při konstrukci byly použity pro C6 a C7 dva kondenzátory s hodnotami 120 pF a 180 pF zapojené do série. V návrhu sondy jsou ještě zmíněny antiparalelní kombinace diod na vstupu a výstupu NMR sondy. Tyto diody je nutno k obvodu připojit externě, protože vstupní signál blokový diodami by mohl ovlivnit nepříznivě parametry rezonančního obvodu a způsobit jeho rozladění. Výkres se schématem sondy 52 je uveden v obrazové příloze č. 2.

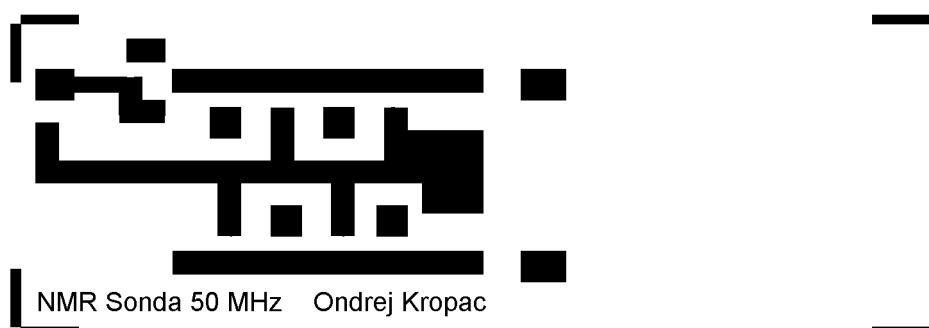
Obr 3.1.1 Konstrukční schéma sondy 52

Seznam použitých součástek:

C1, C2, C3, C4, C5..... trimr kapacitní 50 pF
C6, C7 sériová kombinace ker. kondenzátorů 120 pF a 180 pF
C9,C8..... keramický.kondenzátor 120 pF
COIL..... cívka 0,18 μ H

Deska plošných spojů:

Jako desku s plošnými spoji jsem volil jednostranný cuprexit bez pájecích otvorů s letováním přímo na spoje. Toto uspořádání usnadňuje nastavení parametrů rezonančního obvodu a případnou výměnu součástek. Na obr. 3.1.2 je zobrazena maska plošných spojů. Na obr. 3.1.3 je fotografie konečného zpracování NMR sondy 52.



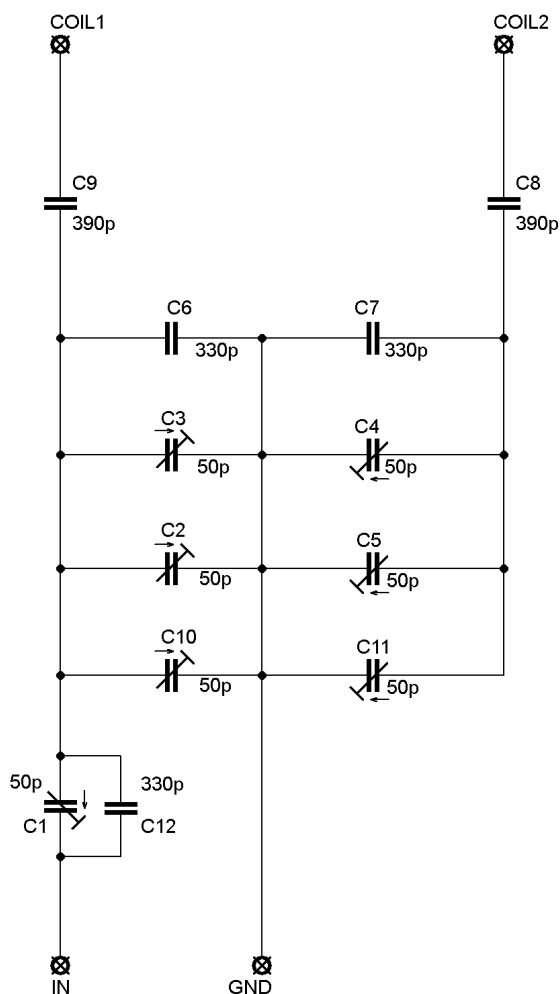
Obr. 3.1.2 Maska plošných spojů



Obr. 3.1.3 NMR sonda 52

Konstrukční schéma sondy 20

Při konstrukci této sondy jsem rovněž vycházel z vypočtených hodnot v návrhové části. U sondy 20 byly přidány pouze dva paralelně řazené kapacitní trimry. Při ladění přesné frekvence se ovšem vyskytla potíž s jakostí obvodu. Tento problém jsem vyřešil kondenzátorem C12 s hodnotou 330 pF připojeným paralelně k trimru C1.



Plošky COIL1 a COIL2 slouží k naletování vysílací/přijímací cívky. Na plošky IN a GND se připojí souosý kabel s konektorem BNC. Laditelný kondenzátor C1 slouží k nastavení šířky rezonanční křivky. Laditelné kondenzátory C2, C3, C4, C5, C10 a C11 slouží k přesnému naladění rezonanční frekvence a k jejímu případnému přeladění. Kondenzátory C6, C7, C8 a C9 tvoří společně s cívkou samotný rezonanční obvod. V návrhu sondy jsou ještě zmíněny antiparalelní kombinace diod na vstupu a výstupu NMR sondy. Tyto diody je nutno k obvodu připojit externě, protože vstupní signál blokový diodami by mohl ovlivnit nepříznivě parametry rezonančního obvodu a způsobit jeho rozladění. Výkres se schématem sondy 20 je uveden v obrazové příloze č. 4.

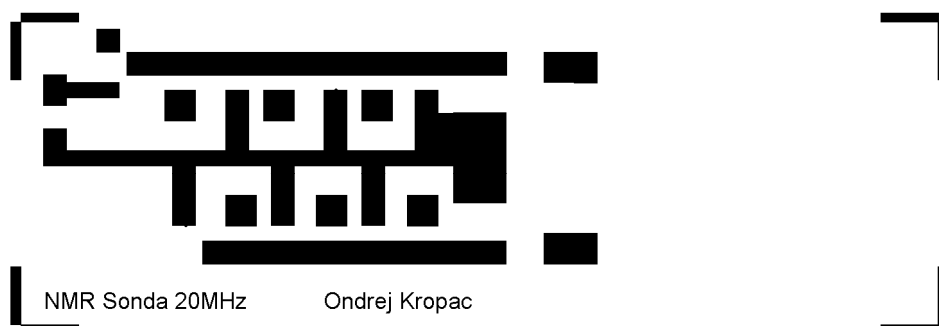
Obr. 3.1.4 Konstrukční schéma sondy 20

Seznam součástek:

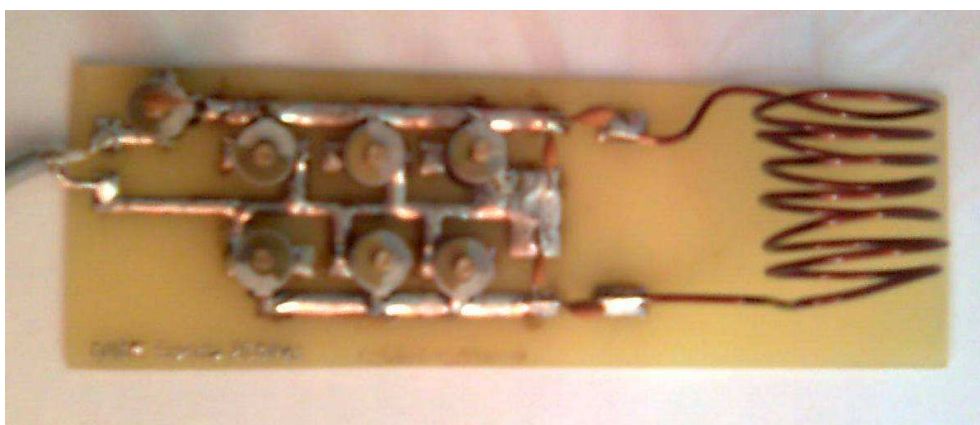
C1, C2, C3, C4, C5, C10, C11	trimr kapacitní 50 pF
C6, C7	keramický kondenzátor 330 pF
C8, C9	keramický kondenzátor 390 pF
C12	keramický kondenzátor 330 pF
COIL	cívka 0,65 μ H

Deska plošných spojů:

Jako desku s plošnými spoji jsem opět volil jednostranný cuprexit bez pájecích otvorů s letováním přímo na spoje. Toto uspořádání usnadňuje nastavení parametrů rezonančního obvodu a případnou výměnu součástek. Na obr. 3.1.5 je zobrazena maska tištěných spojů. Na obr. 3.1.6 je fotografie konečného zpracování NMR sondy 20, prozatím bez kostry pro cívku.



Obr. 3.1.5 Maska plošných spojů



Obr. 3.1.6 NMR sonda 20

3.2 Měření NMR sond

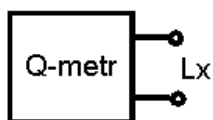
V návrhové části mé práce počítám pro každou NMR sondu s určitým rezonančním kmitočtem, který lze v určitém intervalu přeladit. V tomto ohledu je nejdůležitějším a nejzranitelnějším prvkem cívka L1. Proto dříve, než jsem navinutou cívku zapojil do obvodu, rozhodl jsem se změřit její indukčnost a jakost a porovnat s teoretickými výpočty.

Měření indukčnosti a jakosti a rovněž nastavení NMR sond a jejich porovnání jsem provedl na Q-metru firmy TESLA a na spektrálním analyzátoru Rohde und Schwarz, zapůjčeném z Ústavu přístrojové techniky.

Měření indukčnosti a jakosti cívek NMR sond

Typ přístroje: Q-metr BM - 409G e.č. 2374

Blokové schéma měření:



Obr. 3.2.1 Blokové schéma měření Q – metrem

Cívka určená pro sondu 52 byla měřena na frekvenci 52,375 MHz. Na 20 MHz byla měřena cívka určená pro sondu 20. Výsledné indukčnosti a jakosti cívek jsou uvedeny v tabulce Tab 3.2.1.

Výsledky měření:

Typ cívky			
Pro frekvenci 52 MHz		Pro frekvenci 20 MHz	
Naměřená indukčnost L [μH]	0,25 μH	Naměřená indukčnost L [μH]	0,62 μH
Vypočtená indukčnost L [μH]	0,18 μH	Vypočtená indukčnost L [μH]	0,65 μH
Jakost cívky Q [-]	360	Jakost cívky Q [-]	320

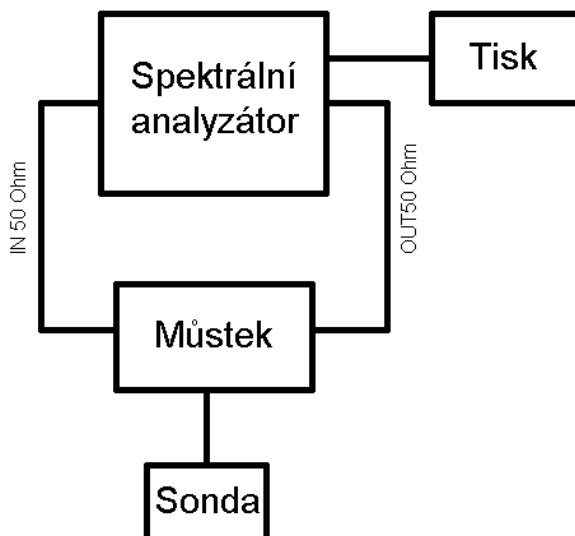
Tab 3.2.1.

Měření NMR sond

Aby mohla sonda na požadovaném kmitočtu vysílat/snímat je nutno tuto frekvenci nastavit. Pro nastavení frekvence byl použit spektrální analyzátor firmy Rohde und Schwarz. Dále jsem pomocí tohoto přístroje měřil vlastnosti rozladění obvodu vložením vzorku s destilovanou a roztokem sodíku Na. Tyto vzorky simulují skutečné provozní podmínky a jde pouze o to zjistit, o kolik se posune rezonanční frekvence a jak se sníží jakost obvodu při vložení vzorku.

Typ přístroje : Spektrální analyzátor Rohde und Schwarz v.č 851.2008.52
Měřicí můstek VSWR Bridge s.č. 116063

Blokové schéma měření:



Obr. 3.2.2. Blokové schéma nastavení frekvence a měření NMR sond

Nastavení spektrálního analyzátoru:

Spektrální analyzátor jsem u každé sondy nastavil nejprve na požadovanou frekvenci do středu obrazovky, poté jsem nastavil referenční útlum a kmitočtový krok. Poté jsem pomocí laditelných kondenzátorů přesně nastavil křivku na střed obrazovky, která prezentovala požadovanou rezonanční frekvenci. Po naladění frekvence jsem pomocí vstupního kapacitního trimru naladil maximální jakost rezonančního obvodu. Pomocí tiskárny jsem výslednou křivku naladěné sondy vytiskl a posléze perem vynesl přímkou prezentující útlum o 3 db a průsečíky s přímkou jsem označil za přenášené pásmo rezonančního obvodu.

Jakost rezonančního obvodu je dána vztahem:

$$Q = \frac{f_{\text{rez}}}{\Delta f}. \quad (3.2.1)$$

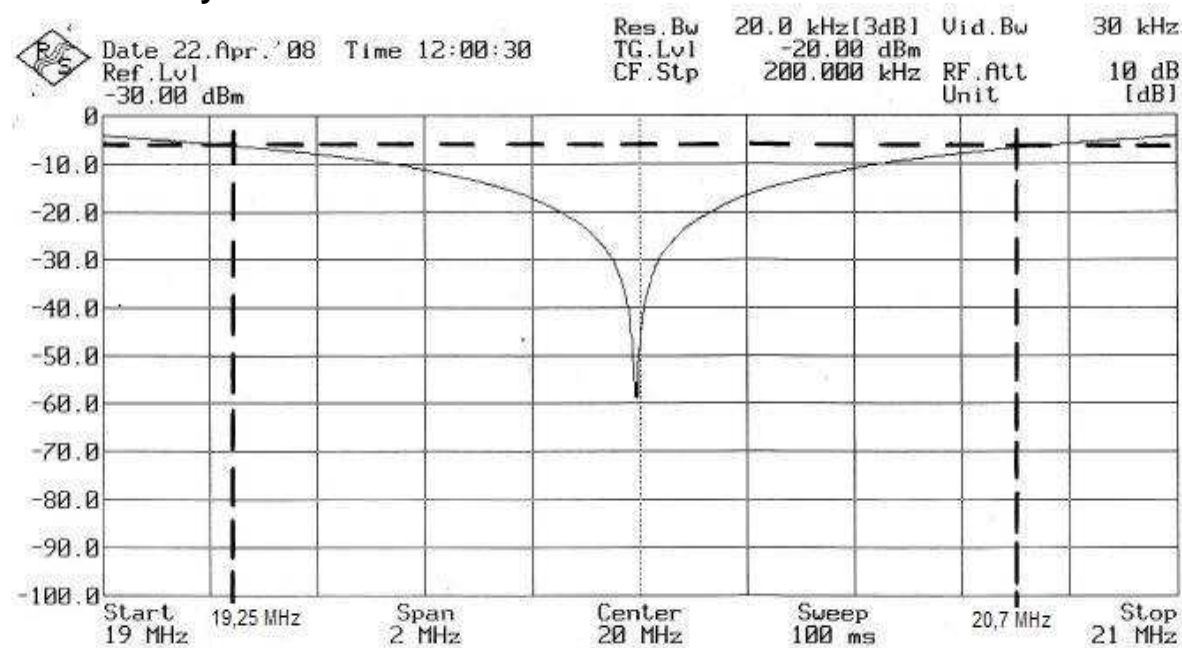
Využitím tohoto vztahu jsem spočítal jakost měřeného rezonančního obvodu. Se sondami 52 a 20 jsem zároveň měřil sondu UPT, se kterou jsem později sondu 52 porovnával. Sonda UPT byla měřena na frekvenci 52,375 MHz zároveň se sondou 52.

Měření sondy 20

Na následujících grafech je zobrazena závislost útlumu sondy 20 na kmitočtu. Je zde vidět že nejmenší útlum má sonda právě v okolí rezonančního kmitočtu. Jakost sondy je charakterizována vyznačenou šířkou přenášeného pásma. Nejprve jsem změřil závislost šířky přenášeného pásma na frekvenci bez vzorku. Poté jsem umístil

do středu cívky vzorek s destilovanou vodou a opět jsem změřil šířku přenášeného pásma. Jako poslední vzorek při měření jsem použil ampuli s roztokem sodíku Na.

Měření sondy 20 bez vzorku



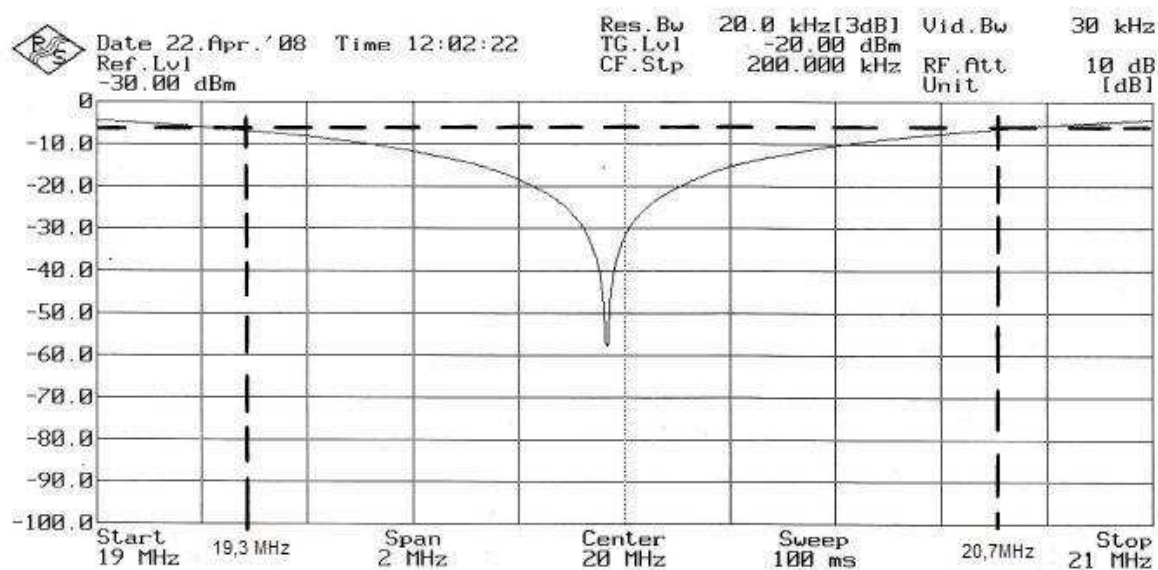
Obr. 3.2.3 Sonda 20 bez vzorku

Výpočet jakosti rezonančního obvodu pro sondu 20 bez vzorku:

$$\Delta f = |f_1 - f_2| = |19,25 - 20,7| = 1,45 \text{ MHz},$$

$$Q = \frac{f_{\text{rez}}}{\Delta f} = \frac{20 \cdot 10^6}{1,45 \cdot 10^6} = 13,8.$$

Měření sondy 20 se vzorkem destilované vody



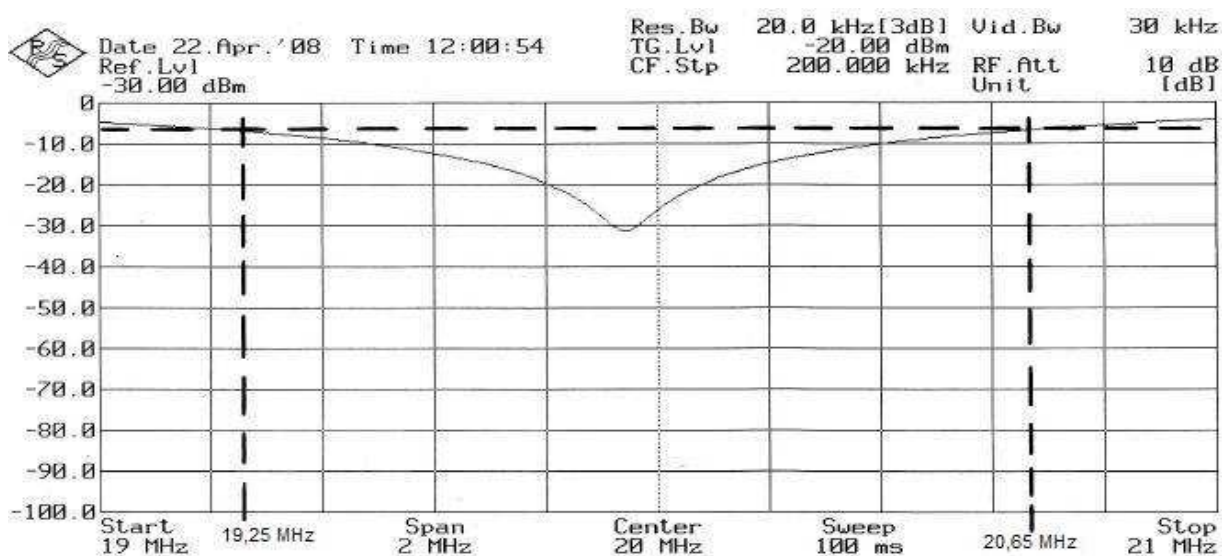
Obr.3.2.4 Sonda 20 se vzorkem destilované vody

Výpočet jakosti rezonančního obvodu pro sondu 20 se vzorkem destilované vody:

$$\Delta f = |f_1 - f_2| = |19,3 - 20,7| = 1,4 \text{ MHz},$$

$$Q = \frac{f_{\text{rez}}}{\Delta f} = \frac{20 \cdot 10^6}{1,4 \cdot 10^6} = 14,3.$$

Měření sondy 20 se vzorkem roztoku sodíku Na



Obr. 3.2.5 Sonda 20 se vzorkem roztoku sodíku Na

Výpočet jakosti rezonančního obvodu pro sondu 20 se vzorkem roztoku sodíku Na:

$$\Delta f = |f_1 - f_2| = |19,25 - 20,65| = 1,4 \text{ MHz},$$

$$Q = \frac{f_{\text{rez}}}{\Delta f} = \frac{20 \cdot 10^6}{1,43 \cdot 10^6} = 14,3.$$

Tabulka naměřených hodnot pro sondu 20:

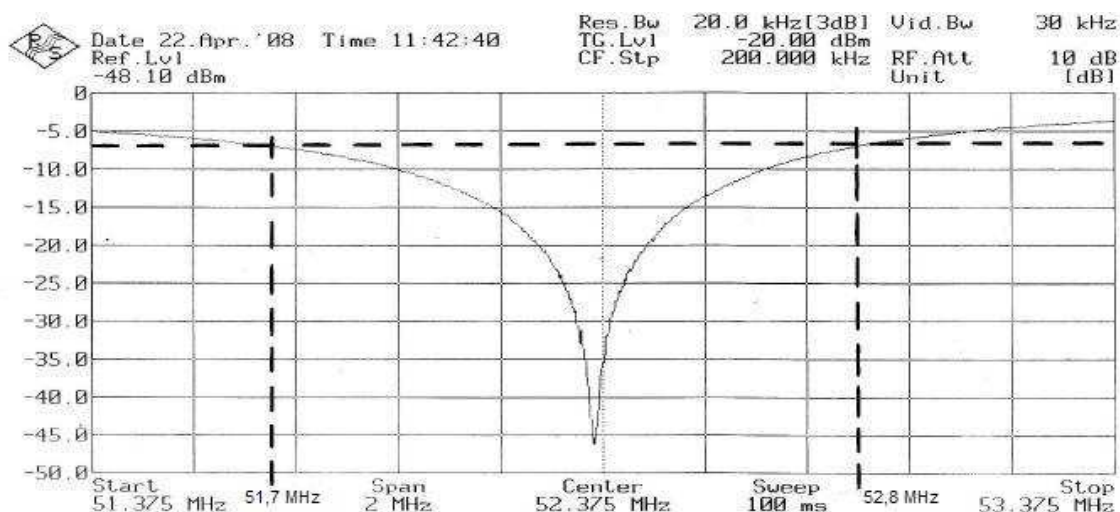
Vzorek	Jakost Q [-]
Bez vzorku	13,8
Destilovaná voda	14,3
Roztok sodíku Na	14,3
Průměrná změna jakosti Q	3,5%

Tab. 3.2.2.

Měření sondy 52

Na následujících grafech je zobrazena závislost útlumu sondy 52 na kmitočtu. Je zde vidět že nejmenší útlum má sonda právě v okolí rezonančního kmitočtu. Jakost sondy je charakterizována vyznačenou šířkou přenášeného pásma. Nejprve jsem změřil závislost šířky přenášeného pásma na frekvenci bez vzorku. Poté jsem umístil do středu cívky vzorek s destilovanou vodou a opět jsem změřil šířku přenášeného pásma. Jako poslední vzorek při měření jsem použil ampuli s roztokem sodíku Na.

Měření sondy 52 bez vzorku



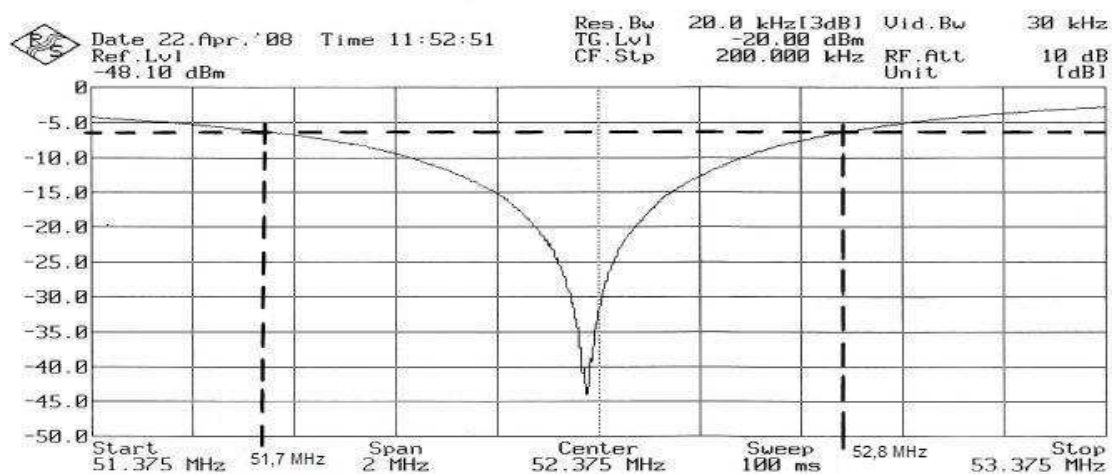
Obr. 3.2.6 Sonda 52 bez vzorku

Výpočet jakosti rezonančního obvodu pro sondu 52 bez vzorku:

$$\Delta f = |f_1 - f_2| = |51,7 - 52,8| = 1,1 \text{ MHz},$$

$$Q = \frac{f_{\text{rez}}}{\Delta f} = \frac{52,375 \cdot 10^6}{1,1 \cdot 10^6} = 47,6.$$

Měření sondy 52 se vzorkem destilované vody



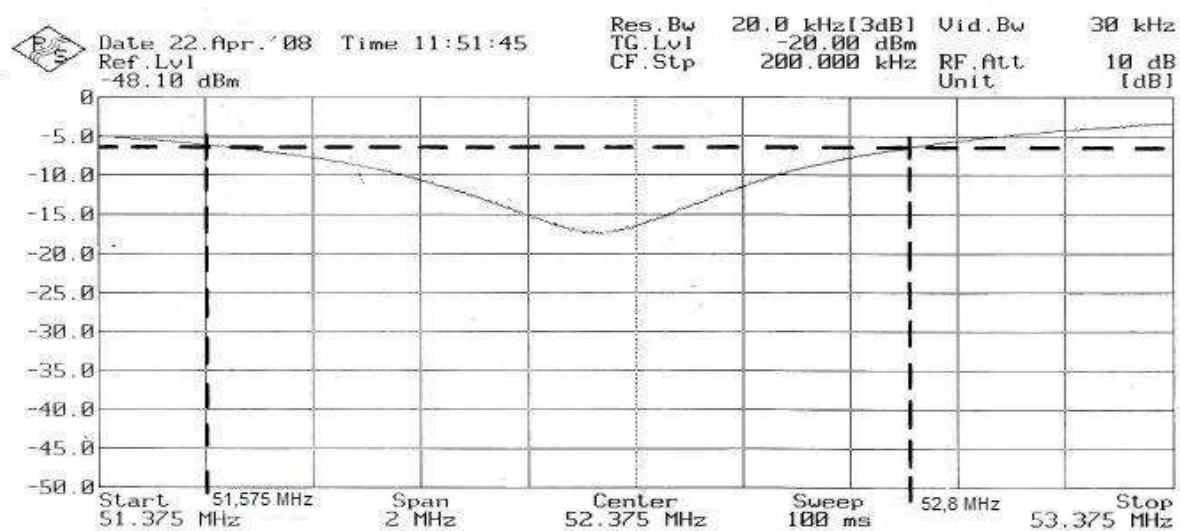
Obr.3.2.7 Sonda 52 se vzorkem destilované vody

Výpočet jakosti rezonančního obvodu pro sondu 52 se vzorkem destilované vody:

$$\Delta f = |f_1 - f_2| = |51,7 - 52,8| = 1,1 \text{ MHz},$$

$$Q = \frac{f_{\text{rez}}}{\Delta f} = \frac{52,375 \cdot 10^6}{1,1 \cdot 10^6} = 47,6.$$

Měření sondy 52 se vzorkem roztoku sodíku Na



Obr. 3.2.8 Sonda 52 se vzorkem roztoku sodíku Na

Výpočet jakosti rezonančního obvodu pro sondu 52 se vzorkem roztoku sodíku Na:

$$\Delta f = |f_1 - f_2| = |51,575 - 52,8| = 1,225 \text{ MHz},$$

$$Q = \frac{f_{\text{rez}}}{\Delta f} = \frac{52,375 \cdot 10^6}{1,225 \cdot 10^6} = 42,8.$$

Tabulka naměřených hodnot pro sondu 52

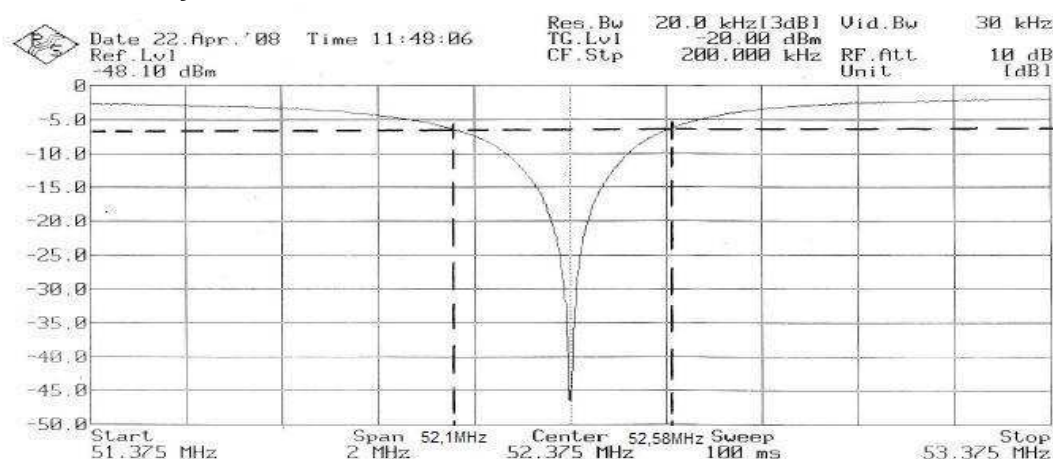
Vzorek	Jakost Q [-]
Bez vzorku	47,6
Destilovaná voda	47,6
Roztok sodíku Na	42,8
Průměrná změna jakosti Q	10,1%

Tab. 3.2.3.

Měření sondy UPT

Jako poslední jsem měřil závislost útlumu sondy UPT na kmitočtu. I zde je vidět že nejmenší útlum má sonda právě v okolí rezonančního kmitočtu. Jakost sondy je charakterizována vyznačenou šířkou přenášeného pásma. Nejprve jsem změřil závislost šířky přenášeného pásma na frekvenci bez vzorku. Poté jsem umístil do středu cívky vzorek s destilovanou vodou a opět jsem změřil šířku přenášeného pásma. Jako poslední vzorek při měření jsem použil ampuli s roztokem sodíku Na.

Měření sondy UPT bez vzorku



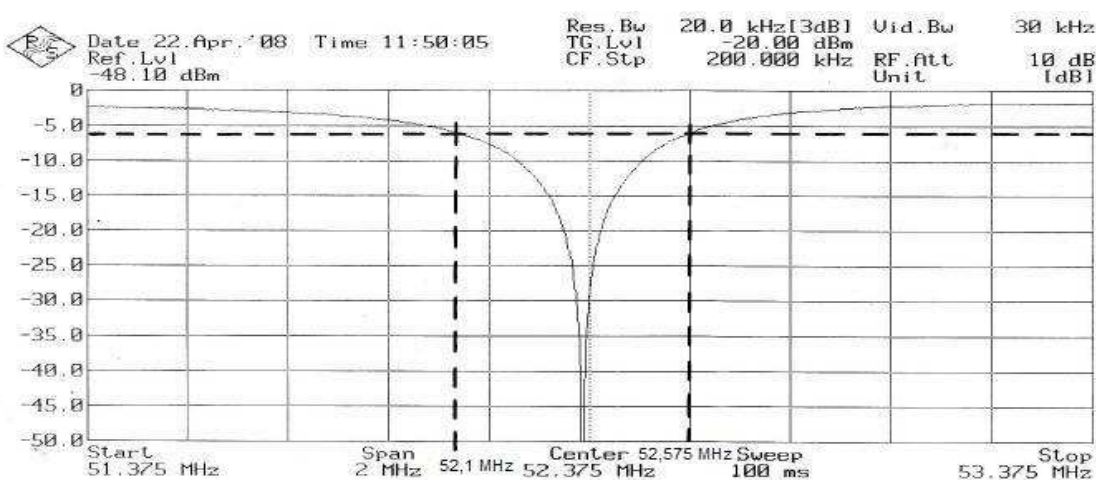
Obr. 3.2.9 Sonda UPT bez vzorku

Výpočet jakosti rezonančního obvodu pro sondu UPT bez vzorku:

$$\Delta f = |f_1 - f_2| = |52,1 - 52,58| = 0,48 \text{ MHz},$$

$$Q = \frac{f_{\text{rez.}}}{\Delta f} = \frac{52,375 \cdot 10^6}{0,48 \cdot 10^6} = 109,1.$$

Měření sondy UPT se vzorkem destilované vody



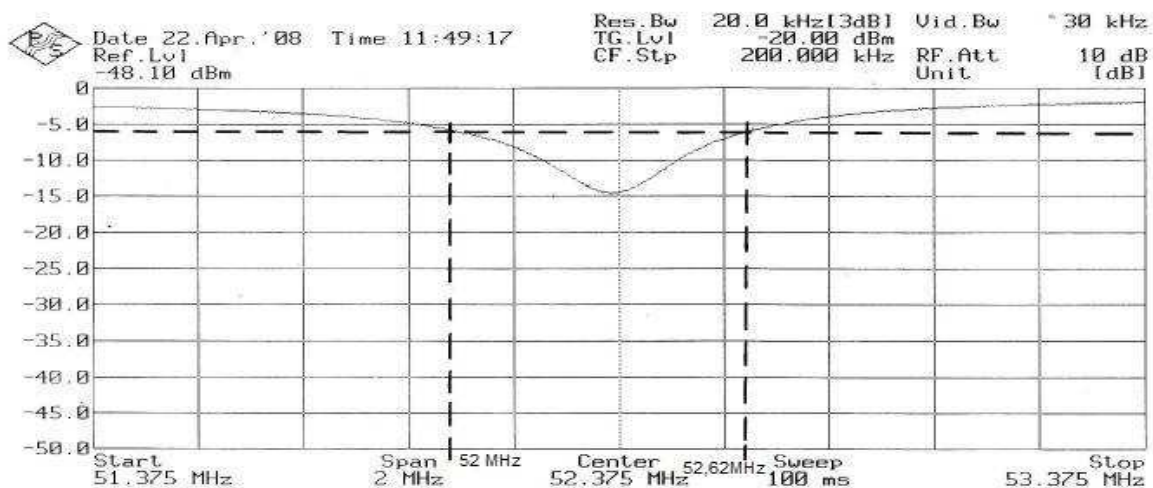
Obr. 3.2.10 Sonda UPT se vzorkem destilované vody

Výpočet jakosti rezonančního obvodu pro sondu UPT se vzorkem destilované vody:

$$\Delta f = |f_1 - f_2| = |52,1 - 52,575| = 0,475 \text{ MHz},$$

$$Q = \frac{f_{\text{rez}}}{\Delta f} = \frac{52,375 \cdot 10^6}{0,475 \cdot 10^6} = 110,3.$$

Měření sondy UPT se vzorkem roztoku sodíku



Obr. 3.2.11 Sonda UPT se vzorkem roztoku sodíku Na

Výpočet jakosti rezonančního obvodu pro sondu UPT se vzorkem roztoku sodíku Na:

$$\Delta f = |f_1 - f_2| = |52 - 52,62| = 0,62 \text{ MHz},$$

$$Q = \frac{f_{\text{rez}}}{\Delta f} = \frac{52,375 \cdot 10^6}{0,62 \cdot 10^6} = 84,47.$$

Tabulka naměřených hodnot pro sondu UPT:

Vzorek	Jakost Q [-]
Bez vzorku	109,1
Destilovaná voda	110,3
Roztok sodíku Na	84,5
Průměrná změna jakosti Q	15,1%

Tab. 3.2.4

Srovnání měřených NMR sond

NMR sondy v této práci navržené a zkonstruované, tj. sonda 20 a sonda 52 byly porovnány se sondou, která je k dispozici na Ústavu přístrojové techniky, tj. sonda UPT. V tabulce Tab 3.2.5 je přehled naměřených hodnot jednotlivých NMR sond.

Typ sondy	Sonda 20	Sonda 52	Sonda UPT
	Jakost obvodu Q [-]	Jakost obvodu Q [-]	Jakost obvodu Q [-]
Bez vzorku	13,8	47,6	109,1
Vzorek destilované vody	14,3	47,6	110,3
Vzorek roztoku sodíku Na	14,3	42,8	84,5
Průměrná změna jakosti Q	3,5%	10,5%	15,1%

Tab. 3.2.5

Jakost cívek použitých v rezonančních obvodech byla změřena pro cívku určenou k vložení do sondy 20 $Q = 320$ a pro cívku určenou k vložení do sondy 52 $Q = 360$. Bohužel jsem neměl možnost změřit jakost samotné cívky určené pro sondu UPT, protože jsem tuto cívku nemohl z obvodu vyjmout, aniž by došlo k trvalému poškození.

Vložením cívek do rezonančních obvodů NMR sond však celková jakost poklesla na mnohem nižší hodnoty. Pro sondu 20 bez vzorku byla vypočtená jakost celkového obvodu sondy $Q_{20} = 13,8$ a pro sondu 52 byla vypočtená jakost celkového obvodu sondy $Q_{52} = 47,6$. Tento pokles lze zdůvodnit tím, že v obvodu bylo použito větší množství kapacitních trimrů, u nichž nelze zaručit vysokou jakost, bez toho aniž by byla zajištěna schopnost přeladění kapacity. Zařazením těchto trimrů do obvodu dochází k dramatickému poklesu jakosti rezonančního obvodu. Tento fakt taky zdůvodňuje nižší jakost NMR sondy 52 oproti sondě UPT, protože u sondy UPT byly použity pouze tři kapacitní trimry, zatímco u sondy 52 je použito kapacitních trimrů pět. Tuto skutečnost podporuje i fakt, že jakost sondy 20 je ze všech tří NMR sond nejnižší, protože je zde použit nejvyšší počet laditelných kondenzátorů. Snížení počtu laditelných kondenzátorů, by ovšem vedl ke snížení celkové rozladitelnosti celého rezonančního obvodu.

Pokud vložíme do nitra cívky rezonančního obvodu ampuli se vzorkem, dojde ke změně jakosti cívky a v důsledku i celého rezonančního obvodu. Zároveň může dojít i k mírnému posunu rezonanční frekvence. V tabulce Tab. 3.2.5 jsou shrnuta všechny naměřené a vypočtené hodnoty, které jsem zaznamenal při vkládání vzorků do NMR sond. Z tabulky je vidět, že vzorek destilované vody, vkládaný do NMR

sond, neměl na jakost obvodu skoro žádný vliv. Ovšem když jsem vložil do NMR sondy ampuli se vzorkem roztoku sodíku Na, tak jakost obvodu u sond 52 a UPT klesla, zatímco u sondy 20 se nezměnila. Tento jev lze vysvětlit tak, že protonová jádra sodíku mají rezonanční frekvenci blízkou frekvenci 52,375 MHz, a ovlivňují jakost cívky nejvíce právě při frekvenci 52,375. Z tohoto důvodu taky vzorek sodíku Na neovlivňoval jakost obvodu u sondy 20, která pracovala na jiné frekvenci.

Změny rezonanční frekvence při vložení vzorku do NMR sondy, byly zaznamenány pouze minimální a vždy šly doladit změnou kapacity jakéhokoliv kapacitního trimru v kapacitním děliči.

Je důležité také zmínit rozdílné vkládání vzorků do jednotlivých sond. Do NMR sond 20 a 52 je vzorek vkládán, vzhledem k ose desky se součástkami, ortogonálně. Do NMR sondy UPT je vzorek vkládán, vzhledem k ose desky se součástkami, axiálně. Sonda UPT je rovněž tvořena dvěma sériově zapojenými cívkami o jednom závitu. Z těchto poznatků vyplývá, že i poloha cívky vzhledem ke vzorku a samotný tvar cívky může vést ke změně jakosti cívky. I přes tento rozdíl se vlastnosti sondy 52 a sondy UPT, až na poloviční velikost jakosti Q , příliš neliší.

3.3 Měření příjmu NMR signálu

V této kapitole mé bakalářské práce jsem se věnoval měření vlastností sondy 52 v oblasti vysílání rf impulzů a příjmu NMR signálu. Jak už bylo napsáno výše, v době kdy jsem se věnoval praktickému měření, nebyl zprovozněn magnet na Ústavu teoretické a experimentální elektrotechniky. Z tohoto důvodu byla konstruována souběžně se sondou pro UTEE, typového označení sonda 20, také sonda určená pro odzkoušení na měřicí aparatuře na UPT, typového označení sonda 52. Zároveň se sondou 52 byla měřena také sonda patřící ústavu přístrojové techniky, typového označení sonda UPT.

Popis měřicího zařízení

NMR sonda 52 a NMR sonda UPT byly měřeny na MR tomografu na UPT, jež je určen pro řešení problematiky generace a měření gradientů magnetického pole. Pracoviště MR tomografu se skládá z výpočetní jednotky (založené na bázi signálového procesoru MOTOROLA 96002) a gradientní jednotky, jež je součástí tomografu.

Základní částí MR tomografu je supravodivý magnet (obr. 3.3.1) s magnetickou indukcí 4,7 T s průměrem vnitřního pracovního prostoru 200 mm. V pracovním prostoru magnetu jsou umístěny čtyři základní gradientní cívky a 16-ti cívkový systém pro nastavování homogenity magnetického pole. Kompletní obslužná elektronika (obr. 3.3.2) řízená hlavním počítačem typu PC zajišťuje vytváření výkonových rf impulzů pro definované vybuzení jader vzorku a umožňuje nastavit fázi a základní kmitočet. Dále také zajišťuje příjem NMR signálu s minimální úrovní šumu, který dostatečně zesiluje s použitím antialiasingové filtrace. Takto upravený NMR signál převádí na digitální signál, který je po synchronní detekci zpracováván v hlavním vyhodnocovacím počítači. Součástí obslužné elektroniky jsou dva předzesilovače, čtyři přijímače, rf zesilovač 5T1000M (fa CPC Amps) a gradientní zesilovač Techron 7700 (fa AE Techron Ltd.).

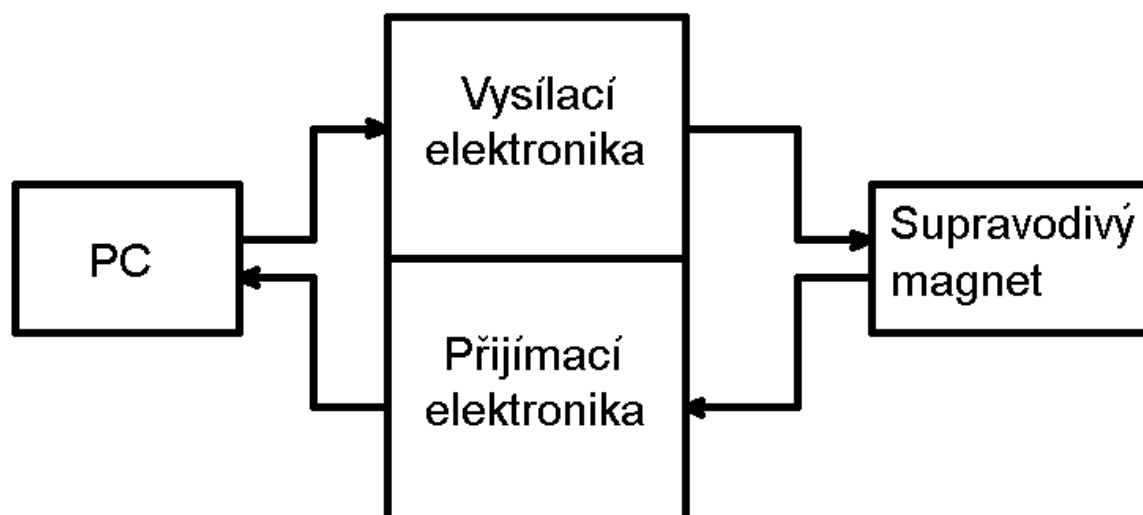


Obr. 3.3.1



Obr. 3.3.2

Blokové schéma měřicího pracoviště



Obr.3.3.3 Blokové schéma MR tomografu

Popis blokového schématu

Základní parametry budicího rf impulsu jsou zadávány v počítači. Vysílací elektronika vyšle zesílený rf impuls do měřicí sondy, která je umístěna v pracovní šterbině MR tomografu. Po vyslání rf impulsu cívka čeká na příjem FID signálu, jenž vznikne ve vzorku reakcí na budicí rf impuls. FID signál snímá citlivá přijímací elektronika, která jej vyfiltruje od nežádoucích šumů a následně jej zesílí. Takto zesílený signál je pomocí A/D převodníků převeden do digitální podoby a pak je zobrazen na počítači, kde může být dále upravován.

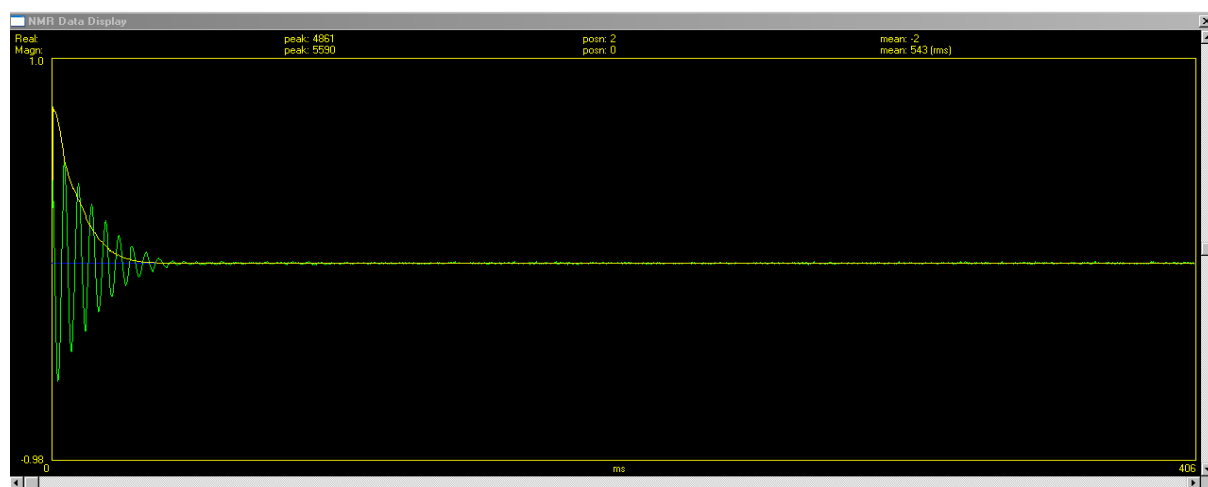
Postup měření

Po nastavení všech potřebných parametrů na MR tomografu jsem vložil do pracovního pole supravodivého magnetu NMR sondu UPT společně se vzorkem roztoku Na. Po připojení sondy k vysílací a přijímací elektronice jsem nastavil základní parametry NMR na obslužné jednotce. Jednalo se především o frekvenci, kterou jsem nastavil na hodnotu $f = 52,375$ MHz, a také o délku trvání rf impulsu. Délku trvání impulsu jsem nastavil na $\tau = 200\mu\text{s}$. Po mírném upravení homogenity magnetického pole jsem zaznamenal výsledný signál FID a spektrum složek. Stejný postup jsem opakoval i pro sondu 52, pouze jsem zde musel opět mírně upravit homogenitu magnetického pole.

Výsledky měření pro sondu UPT

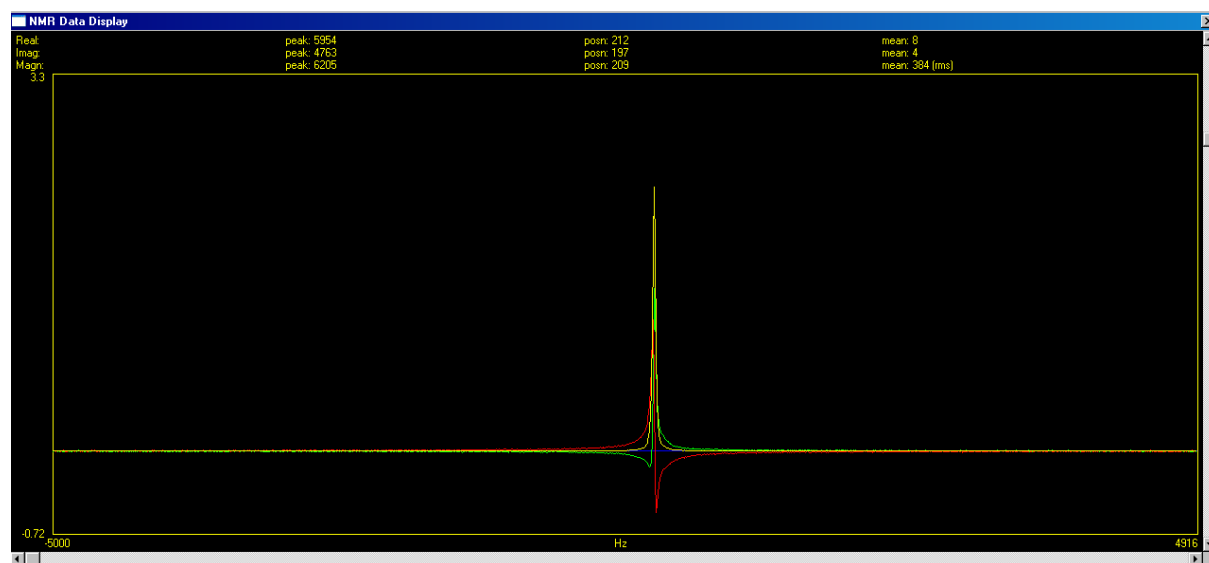
Na obr. 3.3.4 je vidět zelenou křivku, která reprezentuje budící rf pulz a žlutou křivku která znamená výsledný snímaný FID signál. Je tedy vidět že sonda pracuje správně, bez časového zpoždění či nežádoucích záskmitů. Na obr. 3.3.5 je zobrazené spektrum složek signálu FID. Nejvyšší žlutá křivka znázorňuje výkonovou složku FID signálu. Červená křivka znamená napětovou složku, zelená křivka složku proudovou. Nejvhodnější nastavení vstupního signálu, zejména jeho úrovně, je charakterizováno maximální dosažitelnou úrovní výkonové složky FID signálu (žlutá křivka).

Graf signálu FID:



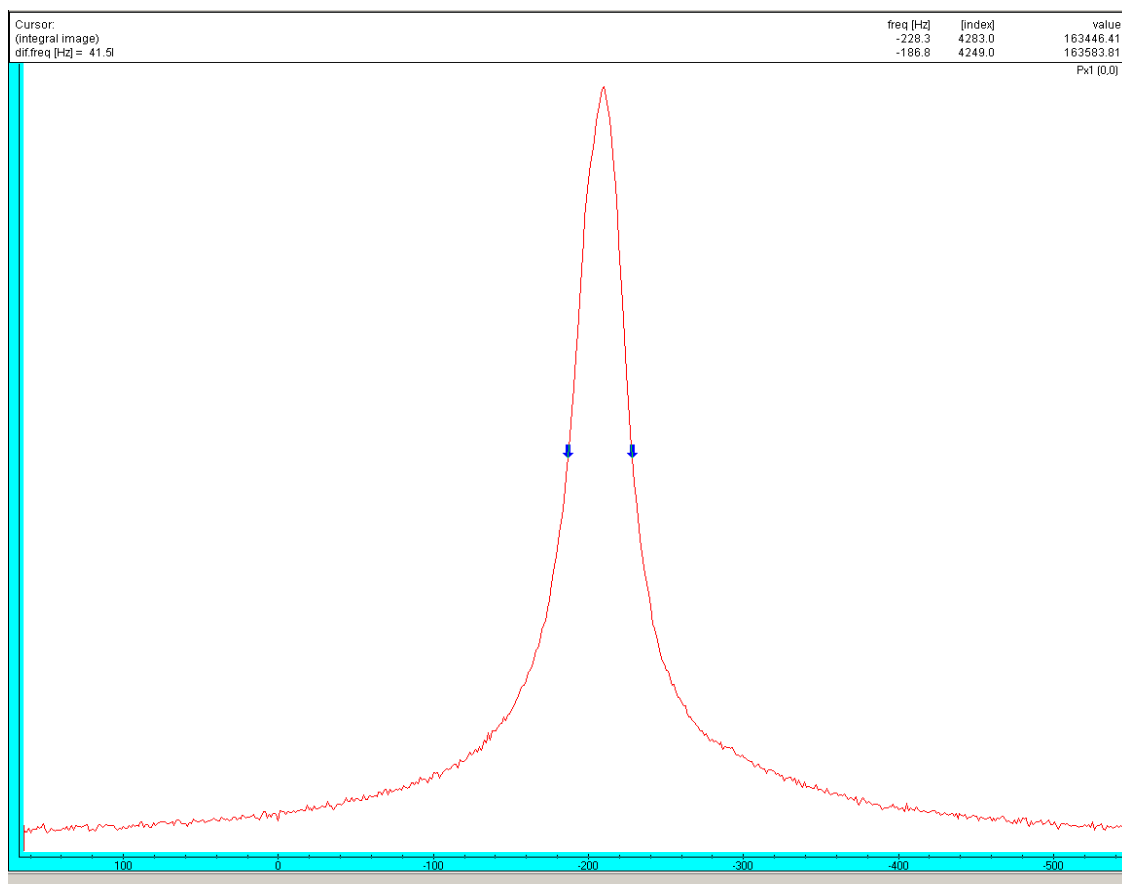
Obr. 3.3.4 Signál FID pro UPT sondu

Spektrum složek signálu:



Obr 3.3.5 Spektrum složek FID signálu pro sondu UPT

Pomocí programu Marevision jsem pomocí Furierovy transformace zobrazil frekvenční spektrum FID signálu, ze kterého lze určit pološířku spektra snímaného FID signálu.



Obr. 3.3.6 Frekvenční spektrum FID signálu pro sondu UPT

Pološířku spektra jsem určil v polovině křivky. Počáteční a koncová hodnota reprezentují hodnoty signálu, při kterých klesá hodnota signálu pod 50% své maximální úrovně. Pološířka spektra pak znamená oblast, kde se vyskytuje nadpoloviční hodnota FID signálu.

$$\Delta f = f_1 - f_2 = 228,3 - 186,8 = 41,51 \text{ Hz.}$$

Počáteční frekvenci jsem určil na 228,3 Hz a koncovou frekvenci jsem určil 186,8 Hz. Pološířka spektra pro sondu UPT je tedy 41,51 Hz.

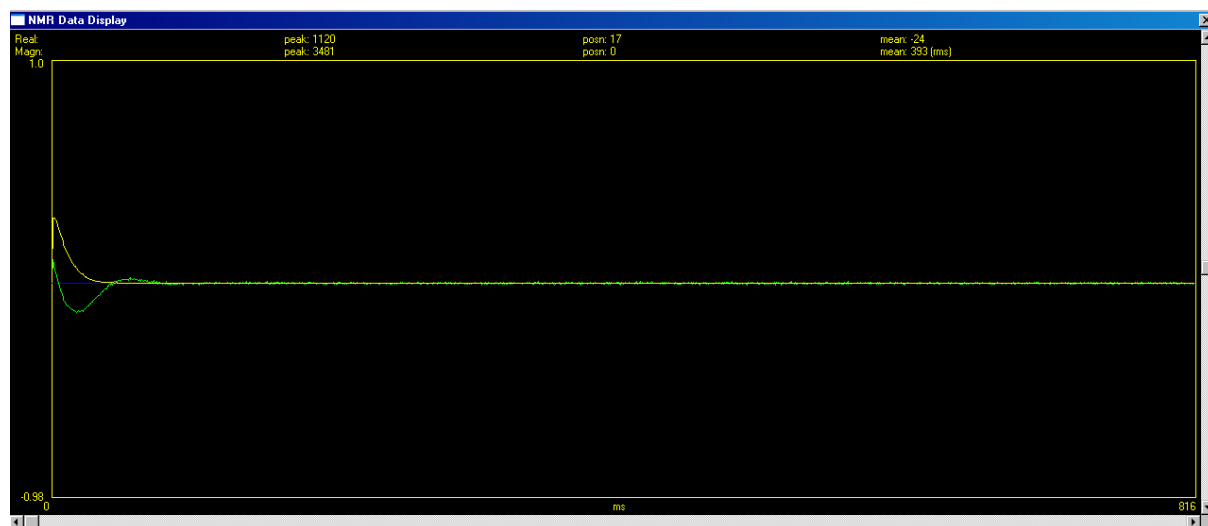
Z grafu na obr. 3.3.6 také určil hodnoty umožňující spočítat poměr signál/šum. Průměrná hodnota šumu byla $N = 1191$, špičková hodnota signálu $S = 318501,2$. Na vertikální ose není vyznačena žádná veličina, a proto jsou hodnoty bezrozměrné. Poměr signál/šum pro UPT sondu pak je:

$$\frac{S}{N} = \frac{318501,2}{1191} = 267,4.$$

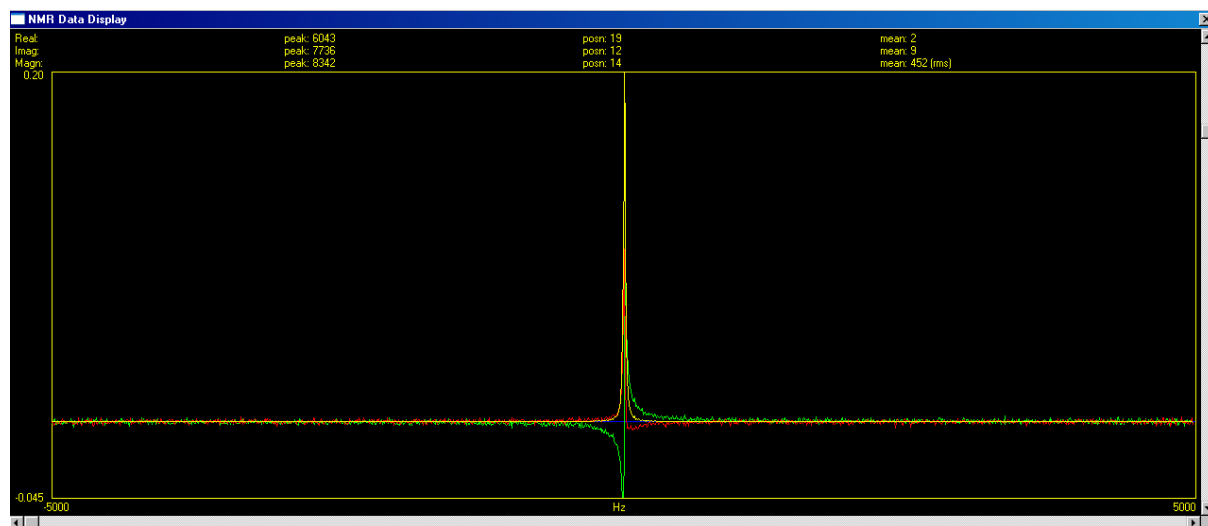
Výsledky měření pro sondu 52

I zde je na obr. 3.3.7 je vidět zelenou křivku, která reprezentuje budicí rf pulz a žlutou křivku, která znamená výsledný snímaný FID signál. I zde sonda pracuje správně, bez jakéhokoliv časového zpoždění či nežádoucích zákmitů. Na obr. 3.3.8 je zobrazeno spektrum složek signálu FID. Nejvyšší žlutá křivka opět znázorňuje výkonovou složku FID signálu. Červená křivka znamená napěťovou složku a zelená křivka složku proudovou.

Graf signálu FID:

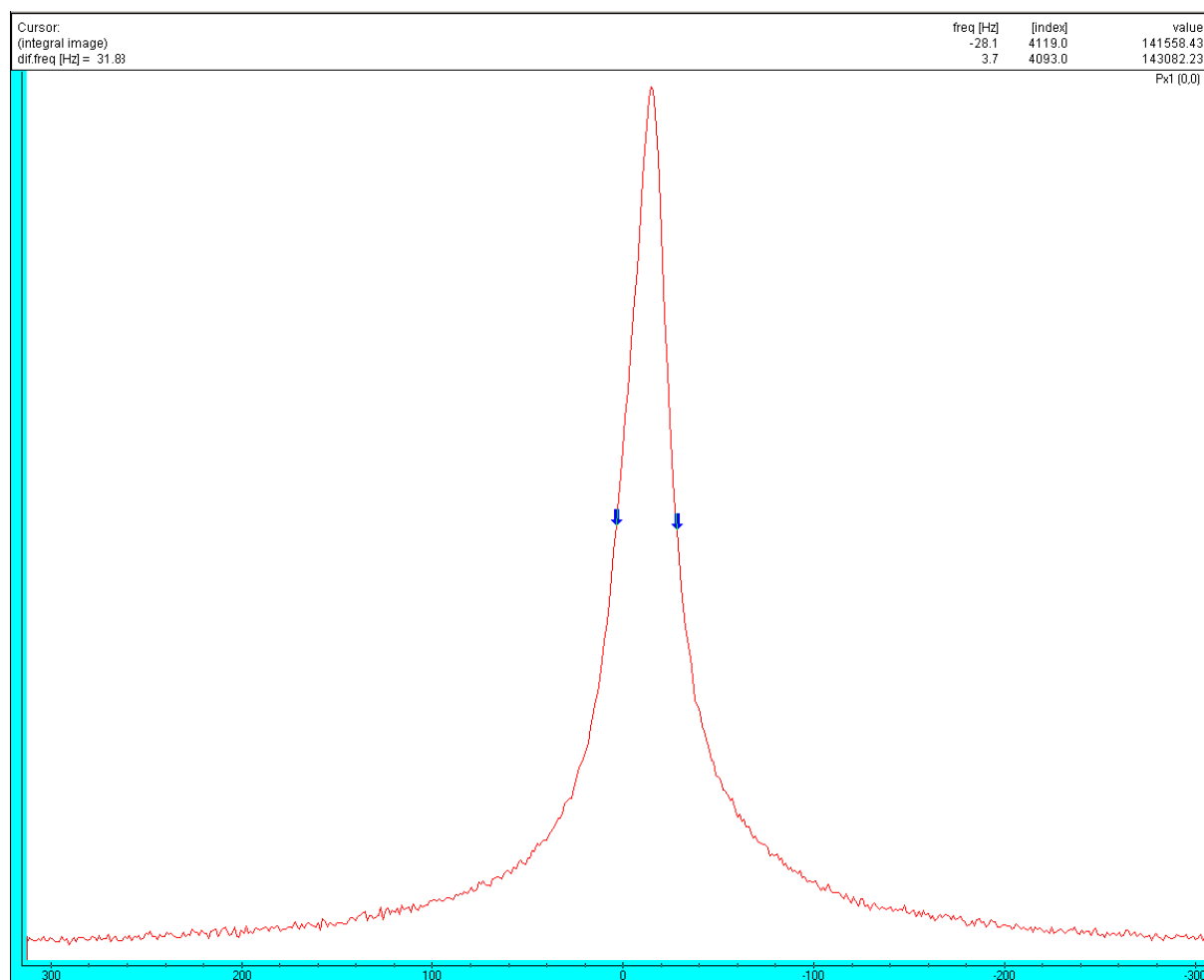


Obr. 3.3.7 Signál FID pro sondu 52



3.3.8 Spektrum složek signálu FID pro sondu 52

Pomocí programu Marevision jsem opět vykreslil frekvenční spektrum FID signálu pro sondu 52.



Obr. 3.3.9 Frekvenční spektrum FID signálu pro sondu 52

Pološířku spektra jsem opět určil v polovině výšky křivky. Počáteční a koncová hodnota ukazatelů reprezentují hodnoty signálu, kdy klesá hodnota signálu pod 50% své maximální hodnoty. Pološířka spektra FID signálu pak je:

$$\Delta f = f_1 - f_2 = |-20,1| + 3,7 = 23,7 \text{ Hz.}$$

Počáteční frekvenci jsem určil na -20,1 Hz a koncovou frekvenci na 3,7 Hz. Pološířka spektra pro sondu UPT je tedy 23,7 Hz. Hodnota na obr. 3.3.9 v levém horním rohu je napsána špatně, patrně v důsledku nedokonalosti programu při čtení hodnot kurzorů.

Dále jsem i z tohoto grafu určil hodnoty umožňující mi spočítat poměr signál/šum. Průměrná hodnota šumu byla odečtena na $N = 1168$, špičková hodnota signálu $S = 287854,2$. Na vertikální ose není vyznačena žádná veličina, a proto jsou hodnoty bezrozměrné. Poměr signál šum pro sondu 52 pak je:

$$\frac{S}{N} = \frac{287854,2}{1168} = 246,5.$$

Srovnání měřených NMR sond

Obě sondy byly měřeny za stejných podmínek, na stejném kmitočtu $f = 52,375\text{MHz}$ a taky při stejně dlouhém rf pulzu, který trval 200 μs . Pouze u sondy 52 jsem musel mírně upravit homogenitu pole. Patříčné soubory s nastavením gradientních cívek, umožňujících změnu homogenity pole, jsou umístěny v příloženém přílohovém CD. Při porovnání frekvenčních spekter FID signálů jednotlivých sond je patrné, že jsou od sebe navzájem posunuty o přibližně 200 Hz. Tento posun byl způsoben úpravou homogenity pole, což vedlo ke změně magnetické susceptibility uvnitř magnetu.

Ze srovnání pološířek spektra vychází lépe mnou zkonstruovaná sonda 52, která má pološířku spektra o polovinu menší než pološířka spektra změřená u sondy UPT. Poměr signál/šum však vychází o něco lépe u sondy UPT, ale pouze nepatrně. Z tohoto porovnání lze tedy usoudit, že mnou zkonstruovaná sonda 52 je použitelná pro měření NMR signálů. Použité poznatky z tohoto měření lze využít i u vyzkoušení sondy 20, která je určena pro menší frekvenci a menší velikost magnetického pole B_0 .

Typ sondy			
Sonda 52		Sonda UPT	
Pološířka spektra [Hz]	23,7	Pološířka spektra [Hz]	41,51
Poměr S/N [-]	246,5	Poměr S/N [-]	267,4

Tab. 3.3.1

4. Závěr

Cílem bakalářské práce bylo navrhnout laboratorní měřicí úlohu pro ověření principu nukleární magnetické rezonance. V teoretické části jsem shrnul základní poznatky o NMR a popsal postup vyhodnocování výsledků, které můžeme ze NMR signálu získat. V minulosti se nejprve rozvíjela metodika experimentu kontinuálního, kdy byla doba působení budicího pole podstatně delší než relaxační doba. V souvislosti s rozvojem součástkové základny a růstem možností zpracování analogového signálu číslicovým způsobem, se stále více prosazovala metodika impulzní, která je v současné době naprosto dominantní. Impulzní metodika přináší do oborů využívajících techniky založené na NMR nové možnosti měření relaxačních dob a umožnila i vývoj nových oblastí NMR spektroskopie, jako je např. vícerozměrná spektroskopie. Impulzní metodika přináší navíc i nové možnosti aplikace NMR, například možnost rekonstruování prostorového rozložení objektu, tzv. NMR imaging.

V návrhové části práce jsem se zprvu věnoval návrhu blokového schématu NMR spektrometru. Zde jsem definoval základní představu o laboratorní úloze, popsal jednotlivé bloky, vysvětlil jejich funkci a navrhnul případný typ přístroje, který by podle mého mínění byl nejvhodnější na danou pozici. Nejdůležitějším prvkem celého NMR spektrometru je vysílací/přijímací sonda, která se vkládá do permanentního magnetického pole. Z tohoto důvodu se další mé úvahy a výpočty ubíraly tímto směrem. V části 2.2 byla věnována pozornost návrhu rezonančního obvodu. Zde jsem navrhnul obvodové schéma rezonančního obvodu, včetně vstupních a výstupních ochranných prvků a definoval základní vztahy pro výpočet jednotlivých parametrů obvodových součástek. Po principiálním návrhu rezonančního obvodu jsem se mohl věnovat výpočtům a návrhům konstrukčního uspořádání NMR sond. Bližší popis řešených konstrukčních problémů jsem uvedl v kapitolách 2.3 a 2.4.

V praktické části mé bakalářské práce jsem za pomoci výpočtů z předchozích kapitol zkonstruoval dvě NMR sondy. Zde je také popsán způsob, jakým je možno jednotlivé sondy nastavit na požadovanou rezonanční frekvenci. Kromě toho jsem se také pokusil změřit závislost jakosti rezonančního na typu vloženého vzorku. Nejdůležitější část měření je popsána v kapitole 3.3, kde jsem mohl mnou navrhnutou sondu připojit k MR tomografu a s jeho pomocí vyzkoušet zda je sonda schopna vysílat rf impulzy a přijímat NMR signál ze vzorku sodíku. Zároveň jsem mohl tuto sondu porovnat s profesionální sondou, která byla zkonstruována na Ústavu přístrojové techniky. Velmi mě potěšilo, že mnou navržená sonda nejenže dokáže snímat NMR signál, ale také, že se svými parametry přibližuje sondě UPT. Poznatky, které jsem získal při konstrukci sondy 52, jsem využil při konstrukci sondy 20, která je určena pro laboratoř Ústavu teoretické a experimentální elektrotechniky. Z výsledků měření sondy 52 lze usoudit, že i sonda 20, která nebyla odzkoušena na MR tomografu, je schopna přijímat bez větších problémů NMR signál.

V bakalářské práci jsem si dal za úkol zaměřit se na uspořádání jednotlivých bloků NMR spektrometru, prakticky realizovat a experimentálně ověřit veškeré výpočty týkající se návrhu NMR sond, konstrukčně vyřešit uspořádání obvodových prvků na desce s plošnými spoji a provést experimentální měření potvrzující správnost výpočtů. Domnívám se, že jsem všechny tyto vytýčené cíle splnil a přispěl jsem tak ke zkvalitnění laboratorní výuky na Ústavu teoretické a experimentální elektrotechniky.

5. Seznam obrazové dokumentace

1. Teoretická část

1.3 Pulzní řešení Blochových rovnic

1.3.1 – signál volné precese FID

1.3.2 – signál spinového echa

2. Koncepční část

2.1 Návrh NMR spektrometru

2.1.1 – Blokové schéma navrženého NMR spektrometru

2.2 Návrh rezonančního obvodu

2.2.1 – Principiální schéma rezonančního obvodu

2.3 Návrh sondy 52

2.3.1 – Schéma zapojení pro sondu 52

2.3.2 – Schéma principiálního kapacitního děliče pro sondu 52

2.3.3 – Schéma kapacitního děliče pro sondu 52

2.4 Návrh sondy 20

2.4.1 – Schéma zapojení pro sondu 20

2.4.2 – Schéma principiálního kapacitního děliče pro sondu 20

2.4.3 – Schéma kapacitního děliče pro sondu 20

2.5 Vizualizace permanentního magnetu

2.5.1 – Permanentní magnet

2.5.2 – Kostra cívky

3. Praktická část

3.1 Konstrukce NMR sond

3.1.1 – Konstrukční schéma sondy 52

3.1.2 – Maska tištěných spojů

3.1.3 – NMR sonda 52

3.1.4 – Konstrukční schéma sondy 20

3.1.5 – Maska tištěných spojů

3.1.6 – NMR sonda 20

3.2 Nastavení a naladění NMR sond

3.2.2 – Blokové schéma měření Q – metrem

3.2.2 – Blokové schéma nastavení frekvence a měření NMR sond

- 3.2.3 – Sonda 20 bez vzorku
- 3.2.4 – Sonda 20 se vzorkem destilované vody
- 3.2.5 – Sonda 20 se vzorkem roztoku sodíku Na
- 3.2.6 – Sonda 52 bez vzorku
- 3.2.7 – Sonda 52 se vzorkem destilované vody
- 3.2.8 – Sonda 52 se vzorkem roztoku sodíku Na
- 3.2.9 – Sonda UPT bez vzorku
- 3.2.10 – Sonda UPT se vzorkem destilované vody
- 3.2.11 – Sonda UPT se vzorkem roztoku sodíku Na

3.3 Měření příjmu NMR signálu

- 3.3.1 – Supravodivý magnet
- 3.3.2 – Obslužná elektronika MR tomografu
- 3.3.3 – Blokové schéma MR tomografu
- 3.3.4 – Signál FID pro sondu UPT
- 3.3.5 – Spektrum složek FID signálu pro sondu UPT
- 3.3.6 – Frekvenční spektrum FID signálu pro sondu UPT
- 3.3.7 – Signál FID pro sondu 52
- 3.3.8 – Spektrum složek signálu FID pro sondu 52
- 3.3.9 – Frekvenční spektrum FID signálu pro sondu 52

Obrazová příloha č.1 – technický výkres nosné kostry pro sondu 52

Obrazová příloha č.2 – technický výkres obvodového schémata sondy 52

Obrazová příloha č.3 – technický výkres nosné kostry pro sondu 20

Obrazová příloha č.4 – technický výkres obvodového schémata sondy 20

6. Seznam použité literatury

- [1] VLAARDINGERBROEK, M. T. DEN BOER, J. A. Magnetic Resonance Imaging. Springer-Verlag, Berlin, 1999.
- [2] BARTUŠEK, K. Generace a měření gradientů magnetického pole pro nukleární magnetickou resonanci. Doktorská disertační práce, Ústav přístrojové techniky AV České republiky, 1998.
- [3] HORNAK, J. P. The basics of NMR. <http://www.cis.rit.edu/htbooks/nmr/inside.htm> 1997-99.
- [4] MORRIS, P. G. Nuclear Magnetic Resonance Imaging in Medicine and Biology. Oxford Univ. Press, Oxford, 1986.
- [5] MANSFIELD, P., CHAPMAN, G. Active Magnetic Screening of Gradient Coils in NMR Imaging. *Journal of Magnetic Resonance*, 66, 3, 1986, pp. 573-576.
- [6] GESCHEIDTOVÁ, E., REZ, J., STEINBAUER, M. Měření v elektrotechnice, skriptum FEKT VUT v Brně, 2002.
- [7] DIETMEIER, U. Vzorci pro teoretickou elektrotechniku, BEN - technická literatura, Praha 1999.